



## INTERNATIONAL APPLICATION PUBLISHED UNDER THE PATENT COOPERATION TREATY (PCT)

(51) International Patent Classification <sup>7</sup> :	A1	(11) International Publication Number: WO 00/47023
H05H 1/24, C23C 16/26, H01J 7/24		(43) International Publication Date: 10 August 2000 (10.08.00)

(21) International Application Number: PCT/US00/03004

(22) International Filing Date: 2 February 2000 (02.02.00)

(30) Priority Data:  
09/243,913 3 February 1999 (03.02.99) US

(71) Applicant: DIAMONEX, INCORPORATED [US/US]; 7331 William Avenue, Bldg. #24, Suite 900, Allentown, PA 18106 (US).

(72) Inventors: MAHONEY, Leonard, Joseph; 3831 Artic Fox Drive, Fort Collins, CO 80525 (US). BROWN, David, Ward; 520 West Mount Vernon Street, Lansdale, PA 18034 (US). PETRMICHL, Rudolph, Hugo; 5422 West Valley Road, Center Valley, PA 18034 (US).

(74) Agents: DANNELLS, Richard, A., Jr et al.; Coudert Brothers, Four Embarcadero Center, Suite 3300, San Francisco, CA 94111 (US).

(81) Designated States: CA, JP, KR, SG, European patent (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE).

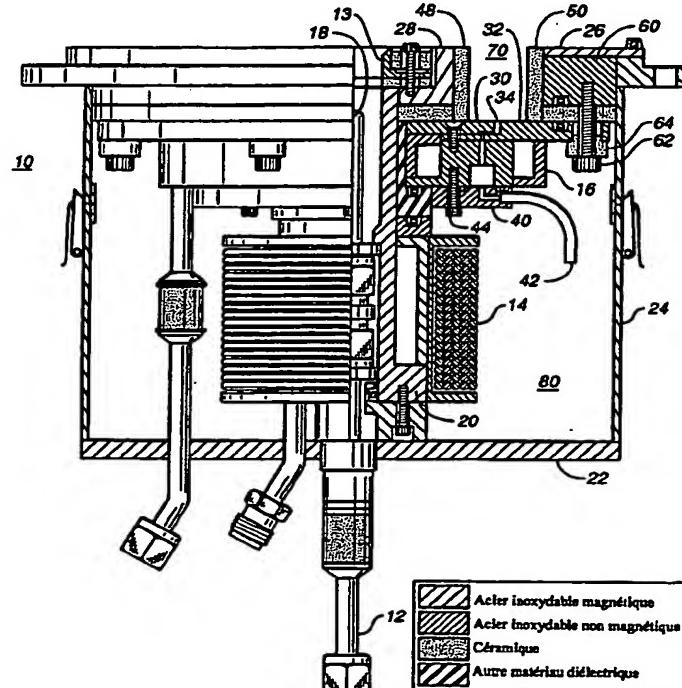
## Published

*With international search report.**Before the expiration of the time limit for amending the claims and to be republished in the event of the receipt of amendments.*

(54) Title: METHOD AND APPARATUS FOR DEPOSITION OF DIAMOND-LIKE CARBON COATINGS FROM A HALL-CURRENT ION SOURCE

## (57) Abstract

A direct ion beam deposition method and apparatus are disclosed in which a substrate (120) is disposed within a vacuum chamber (110), a coating of DLC or Si-DLC at a high deposition rate using a Hall-Current ion source (100) is deposited on the substrate, the Hall-Current ion source is operating on carbon-containing or carbon-containing and silicon-containing precursor gases, respectively, and has an anode discharge region (70) which is insulatorially sealed to prevent discharge from migrating into the interior of the ion source.



(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公表特許公報 (A)

(11)特許出願公表番号

特表2002-541604

(P2002-541604A)

(43)公表日 平成14年12月3日(2002.12.3)

(51) Int.Cl.<sup>7</sup>  
G 11 B 5/84  
C 23 C 14/06  
14/32  
H 05 H 1/46

識別記号

F I  
G 11 B 5/84  
C 23 C 14/06  
14/32  
H 05 H 1/46

マーク(参考)  
B 4 K 0 2 9  
F 5 D 1 1 2  
B  
A

審査請求 未請求 予備審査請求 有 (全 74 頁)

(21)出願番号 特願2000-597985(P2000-597985)  
(86) (22)出願日 平成12年2月2日(2000.2.2)  
(85)翻訳文提出日 平成13年8月3日(2001.8.3)  
(86)国際出願番号 PCT/US00/03004  
(87)国際公開番号 WO00/47023  
(87)国際公開日 平成12年8月10日(2000.8.10)  
(31)優先権主張番号 09/243,913  
(32)優先日 平成11年2月3日(1999.2.3)  
(33)優先権主張国 米国(US)  
(81)指定国 EP(AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE), CA, JP, KR, SG

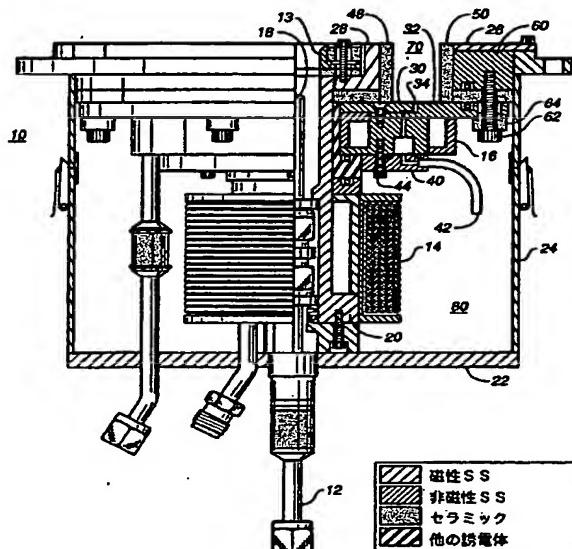
(71)出願人 ダイアモネックス インコーポレイテッド  
アメリカ合衆国 ペンシルヴァニア州  
18106 アレンタウン ウィリアム アベニュー 7331 スイート 900 ビルディング #24  
(72)発明者 マホーニー、レナード・ジョセフ  
アメリカ合衆国、コロラド州、フォート・コリンズ、アーティック・フォックス・ドライブ 3831  
(74)代理人 弁理士 曾我道照(外7名)

最終頁に続く

(54)【発明の名称】ホール電流イオン源からダイヤモンド状炭素コーティングを蒸着する方法および装置

(57)【要約】

直接イオン・ビーム蒸着方法および装置が開示され、基板(120)が真空室(110)内に配備され、ホール-電流イオン源(100)を使用する高い蒸着量での DLC または Si-DLC のコーティングが基板上に蒸着され、ホール-電流イオン源が、それぞれ、炭素含有状態で、または炭素含有およびシリコン含有前駆ガスで作動され、またイオン源の内部への放電の移行を阻止するよう絶縁状態にシールされた陽極放電領域(70)を有している。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 ホール電流イオン源を使用して基板の表面にダイヤモンド状炭素(DLC)コーティングを、蒸着する方法において、

(a) 前記基板を、ホール電流イオン源を含み、かつ前記チャンバーから空気を排氣する蒸着真空チャンバー内に搭載するステップと；

(b) 不活性ガスを前記ホール電流イオン源の少なくとも一つの自己持続性陰極電子源に供給し、かつ前記ホール電流イオン源の陽極に電子の供給を行うために前記陰極電子源を励起するステップであって、前記陽極は、該陽極の後方の前記ホール電流イオン源の内部にプラズマの移行を形成することを禁止するように前記真空チャンバーから電気的に絶縁されているステップと；

(c) 前記陽極の間隙を通して前記真空チャンバー内部の陽極放電領域へプラズマ維持ガスを導入し、かつ前記陽極と前記電子源との間に陽極放電電流を流れさせる電圧を印加するステップであって、電磁手段によって確立された磁界は、前記陽極放電領域を横切って形成され、電子はプラズマ維持ガスをイオン化して前記陽極放電領域をくまなく通してガスイオンのプラズマビームを形成するステップと；

(d) 前記陽極を放射状熱放出による以外の冷却手段によって熱的に冷却しながら、前記プラズマビームを使用して炭素含有前駆ガスからDLCの層をプラズマイオンビーム蒸着するステップと；

(e) 真空チャンバー圧力を大気圧力に増加するステップと；

(f) DLCコート基板製品を回収するステップとを含む、  
ダイヤモンド状炭素(DLC)コーティング蒸着方法。

【請求項2】 前記DLC層が毎秒5Åよりも大きい速度で蒸着される、請求項1に記載の方法。

【請求項3】 前記DLC層が毎秒10Åよりも大きい速度で蒸着される、請求項1に記載の方法。

【請求項4】 前記DLC層が毎秒10Åよりも速い速度で、かつ10GPaよりも大きいナノ圧痕硬度で蒸着される、請求項1に記載の方法。

【請求項5】 前記陽極と前記陰極電子源との間に流れる陽極放電電流が、

少なくとも部分的に前記電磁石手段を駆動する、請求項1に記載の方法。

【請求項6】 少なくとも部分的に前記電磁石手段を駆動し、かつ前記電磁石手段の磁界の磁束線の方向を周期的に反転する交流回路手段を含む、請求項1に記載の方法。

【請求項7】 前記電磁石手段によって確立された前記磁界の磁束線の方向が、前記陽極放電領域の第二端部の前記陽極表面に実質的に平行である、請求項1に記載の方法。

【請求項8】 前記電磁石手段によって確立された前記磁界の磁束線の方向が、前記陽極放電領域を出るプラズマビームの方向と実質的に同じ方向に発散する、請求項1に記載の方法。

【請求項9】 前記プラズマ維持ガスが、アルゴン、ネオン、クリプトン、キセノン、およびその混合物からなる群から選択される不活性ガスである、請求項1に記載の方法。

【請求項10】 前記陰極電子源が、前記陽極放電領域に対して軸対称に配置される、請求項1に記載の方法。

【請求項11】 前記冷却手段が、前記陽極を冷却流体と直接接触させる注入手段を有する、請求項1に記載の方法。

【請求項12】 前記プラズマ維持ガスが、前記陽極中の前記間隙を通して注入手段から前記陽極放電領域中へ実質的に均一に配分され、その結果得られる陽極放電電流が前記間隙の近傍に実質的に均一に配分される、請求項1に記載の方法。

【請求項13】 前記陽極内部の前記間隙の寸法が、少なくとも前記陽極の前記間隙の付近に形成された局部プラズマの特性的Debye長よりも大きく、かつ前記間隙の形状が、前記陽極放電電流が前記陽極放電領域中に入る前記プラズマ維持ガスの局部領域付近の間隙内の前記陽極で実質的に維持されるように、前記間隙内の前記陽極上へのコーティングの視程蒸着を実質的に制限するために構成される、

基板上に蒸着材料を蒸着する請求項1に記載の方法。

【請求項14】 電力供給源が、前記電子源へ約500から約1000ボル

トを提供するために使用される、請求項1に記載の方法。

【請求項15】 前記炭素含有前駆ガスが、メタン、エタン、エチレン、ブタン、ブタジエン、アセチレン、ヘキサン、シクロヘキサン、およびその混合物からなる群から選択される、請求項1に記載の方法。

【請求項16】 前記炭素含有前駆ガスがまた、ヘリウム、アルゴン、ネオン、クリプトン、キセノン、およびその混合物からなる群から選択される不活性ガスを含む、請求項15に記載の方法。

【請求項17】 前記炭素含有前駆ガスがまた、水素、窒素、窒素含有化合物、フッ素含有化合物、およびその混合物からなる群から選択される反応性ガスを含む、請求項16に記載の方法。

【請求項18】 前記DLC層が、毎秒約5から約200Åの範囲の速度で、かつ約10GPaから約40GPaの範囲のナノ圧痕硬度で蒸着される、請求項2に記載の方法。

【請求項19】 前記基板が、金属、半導体、セラミック、ガラス、ポリマー、およびその混合物からなる群から選択される、請求項1に記載の方法。

【請求項20】 配分手段が、前記プラズマビーム中に、かつ前記間隙を通して前記プラズマ維持ガスを導入する前記注入手段のそれから分離して、前記前駆ガスを直接導入するために前記ハウジング中に含まれる、請求項12に記載の方法。

【請求項21】 前記配分手段が、前記前駆ガスを前記陽極放電領域の内部へ導くために一つの端部に一つのノズルを持つ少なくとも一つの管を有する、請求項20に記載の方法。

【請求項22】 前記配分手段が、蒸着ガスを前記陽極放電領域の内部へ導くために少なくとも一つの配分リングを有する、請求項20に記載の方法。

【請求項23】 前記配分手段が、前記前駆ガスを前記陽極放電領域の外側へ導くために一つの端部に一つのノズルを持つ少なくとも一つの管を有する、請求項20に記載の方法。

【請求項24】 前記配分手段が、前記前駆ガスを前記陽極放電領域の外側へ導くために少なくとも一つの配分リングを有する、請求項20に記載の方法。

【請求項25】 前記炭素含有前駆ガスの流れが、前記プラズマイオンビーム蒸着の間にパルス化され、かつ前記プラズマ維持ガスが前記間隙を通して連続的に導入される、請求項1に記載の方法。

【請求項26】 前記炭素含有前駆ガスが、プラズマイオンビーム蒸着の間に連続的に導入され、かつ前記陽極放電電流はパルス化される、請求項1に記載の方法。

【請求項27】 前記基板が、データ記録媒体を含む、請求項1に記載の方法。

【請求項28】 前記基板が、磁気記録媒体と共に使用される磁気トランスデューサである、請求項1に記載の方法。

【請求項29】 前記基板が、該基板の両側が前記DLC層によって同時にコートされるように前記蒸着真空チャンバーに搭載される、請求項1に記載の方法。

【請求項30】 電圧が別のDC電力供給源によって前記陽極および前記電磁石手段に印加される、請求項1に記載の方法。

【請求項31】 ホール電流イオン源を使用して基板の表面にシリコンドープされたダイヤモンド状炭素(Si-DLC)コーティングを蒸着する方法において、

(a) 前記基板を、ホール電流イオン源を含み、かつ前記チャンバーから空気を排氣する蒸着真空チャンバー内に搭載するステップと；

(b) 不活性ガスを、前記ホール電流イオン源の自己持続性陰極電子源に供給し、かつ前記ホール電流イオン源の陽極に電子の供給を行うために前記陰極電子源を励起するステップであって、前記陽極は、前記陽極の後方の前記ホール電流イオン源の内部の中にプラズマの移行を形成することを禁止するように前記真空チャンバーから電気的に絶縁されているステップと；

(c) 前記陽極の間隙を通して前記真空チャンバー内部の陽極放電領域へプラズマ維持ガスを導入し、かつ前記陽極と前記電子源との間に陽極放電電流を流れさせる電圧を印加するステップであって、電磁手段によって確立された磁界は前記陽極放電領域を横切って形成され、電子は、プラズマ維持ガスをイオン化して

前記陽極放電領域をくまなく通してガスイオンのプラズマビームを形成するステップと；

(d) 前記陽極を放射状熱放出による以外の冷却手段によって熱的に冷却しながら、前記プラズマビームを使用して、炭素含有前駆ガスおよびシリコン含有前駆ガスからSi-DLCの層をプラズマイオンビーム蒸着するステップと；

(e) 真空チャンバー圧力を大気圧力に増加するステップと；

(f) Si-DLCコート基板製品を取り戻すステップとを含む、

シリコンドープされたダイヤモンド状炭素(Si-DLC)コーティング蒸着方法。

**【請求項32】** 前記炭素含有およびシリコン含有前駆ガスが、シラン、ジシラン、メチルシラン、ジメチルシラン、トリメチルシラン、テトラメチルシラン(TMS)、ジエチルシラン、およびその混合物からなる群から選択される、請求項31に記載の方法。

**【請求項33】** 前記Si-DLC層は毎秒5Åよりも大きい速度で、かつ10GPaよりも大きいナノ圧痕硬度で蒸着される、請求項31に記載の方法。

**【請求項34】** 前記陽極と前記陰極電子源との間に流れる陽極放電電流が、少なくとも部分的に前記電磁石手段を駆動する、請求項31に記載の方法。

**【請求項35】** 少なくとも部分的に前記電磁石手段を駆動し、かつ前記電磁石手段の磁界の磁束線の方向を周期的に反転する交流回路手段を含む、請求項31に記載の方法。

**【請求項36】** 前記電磁石手段によって確立された前記磁界の磁束線の方向が、前記陽極放電領域の第二端部の前記陽極表面に実質的に平行である、請求項31に記載の方法。

**【請求項37】** 前記電磁石手段によって確立された前記磁界の磁束線の方向が、前記陽極放電領域を出る前記プラズマビームの方向と実質的に同じ方向に発散する、請求項31に記載の方法。

**【請求項38】** 前記プラズマ維持ガスが、アルゴン、ネオン、クリプトン、キセノン、およびその混合物からなる群から選択される不活性ガスである、請求項31に記載の方法。

【請求項39】 前記陰極電子源が、前記陽極放電領域に対して軸対称に配置される、請求項31に記載の方法。

【請求項40】 前記冷却手段が、前記陽極を冷却流体と直接接触させる注入手段を有する、請求項31に記載の方法。

【請求項41】 前記プラズマ維持ガスが、前記陽極中の前記間隙を通して注入手段から前記陽極放電領域中へ実質的に均一に配分され、その結果得られる陽極放電電流が前記間隙近傍に実質的に均一に配分される、請求項31に記載の方法。

【請求項42】 前記陽極内部の前記間隙の寸法が、少なくとも前記陽極の前記間隙の付近に形成された局部プラズマの特性的Debye長よりも大きく、かつ間隙の形状が、前記陽極放電電流が前記陽極放電領域中に入る前記プラズマ維持ガスの局部領域付近の前記間隙内の前記陽極で実質的に維持されるように、前記間隙内の前記陽極上へのコーティングの視程蒸着を実質的に制限するために構成される、請求項31に記載の方法。

【請求項43】 電力供給源が、前記電子源へ約500から約1000ボルトを提供するために使用される、請求項31に記載の方法。

【請求項44】 前記前駆ガスがまた、ヘリウム、アルゴン、ネオン、クリプトン、キセノン、およびその混合物からなる群から選択される不活性ガスを含む、請求項32に記載の方法。

【請求項45】 前記前駆ガスがまた、水素、窒素、窒素含有化合物、フッ素含有化合物、およびその混合物からなる群から選択される反応性ガスを含む、請求項32に記載の方法。

【請求項46】 前記Si-DLC層が、毎秒約10から約200Åの範囲の速度で、かつ約10GPaから約40GPaの範囲のナノ圧痕硬度で蒸着される、請求項31に記載の方法。

【請求項47】 前記基板が、金属、半導体、セラミック、ガラス、ポリマー、およびその混合物からなる群から選択される、請求項31に記載の方法。

【請求項48】 配分手段が、前記プラズマビーム中に、かつ前記間隙を通して前記プラズマ維持ガスを導入する前記注入手段のそれから分離して、前記前

駆ガスを直接導入するために前記ハウジング中に含まれる、請求項31に記載の方法。

【請求項49】 前記配分手段が、前記前駆ガスを前記陽極放電領域の内部へ導くために一つの端部に一つのノズルを持つ少なくとも一つの管を有する、請求項48に記載の方法。

【請求項50】 前記配分手段が、蒸着ガスを前記陽極放電領域の内部へ導くために少なくとも一つの配分リングを有する、請求項48に記載の方法。

【請求項51】 前記配分手段が、前記前駆ガスを前記陽極放電領域の外側へ導くために一つの端部に一つのノズルを持つ少なくとも一つの管を有する、請求項48に記載の方法。

【請求項52】 前記配分手段が、前記前駆ガスを前記陽極放電領域の外側へ導くために少なくとも一つの配分リングを有する、請求項48に記載の方法。

【請求項53】 前記シリコン含有前駆ガスが、プラズマイオンビーム蒸着の間にパルス化され、かつ前記プラズマ維持ガスは前記間隙を通して連続的に導入される、請求項31に記載の方法。

【請求項54】 前記シリコン含有前駆ガスがプラズマイオンビーム蒸着の間に連続的に導入され、前記陽極放電電流はパルス化される、請求項31に記載の方法。

【請求項55】 前記基板がデータ記録媒体を含む、請求項31に記載の方法。

【請求項56】 前記基板が、磁気記録媒体と共に使用される磁気トランスデューサである、請求項31に記載の方法。

【請求項57】 前記基板が、該基板の両側がSi-DLC層によって同時にコートされるように前記蒸着真空チャンバーに搭載される、請求項31に記載の方法。

【請求項58】 電圧が別のDC電力供給源によって前記陽極および前記電磁石手段に印加される、請求項31に記載の方法。

【請求項59】 材料を真空処理するホール電流イオン源であって、  
(a) 真空下のチャンバーと；

- (b) プラズマビームの生成および加速用の前記チャンバー内部の少なくとも一つの陽極放電領域であって、該陽極放電領域が、前記チャンバーの外側近傍の第一端部に開口部と、およびそこに少なくとも一つの間隙を持つ第二端部に少なくとも一つの陽極を持ち、前記陽極は、該陽極の後方の前記チャンバーの内部の中にプラズマの移行を形成することを禁止するように前記チャンバーから電気的に絶縁されている、少なくとも一つの陽極放電領域と；
- (c) 前記陽極を放射状熱放出による以外によって熱的に冷却する冷却手段と；
- (d) 少なくとも一つの自己持続性陰極電子源と；
- (e) 前記陽極から前記陽極放電領域を通して前記陰極へ陽極放電電流を駆動するため、前記陽極と前記自己持続性陰極との間に放電電流を流れさせる電圧を印加するために前記陽極に接続された電力供給源と；
- (f) 前記陽極の前記間隙を通し、前記陽極放電領域中へ前記プラズマ維持ガスを導入する少なくとも一つの注入手段と；
- (g) 前記陽極放電領域内部に磁界を確立し、かつ少なくとも部分的に該磁界を駆動するために前記チャンバーに搭載された少なくとも一つの電磁石とを有する  
 材料を真空処理するホール電流イオン源。

**【請求項60】** 前記陽極が流体冷却陽極である、請求項59に記載のホール電流イオン源。

**【請求項61】** 前記陽極と前記陰極電子源との間に流れる前記陽極放電電流が、少なくとも部分的に前記電磁石を駆動する、請求項59に記載のホール電流イオン源。

**【請求項62】** 前記電磁石を少なくとも部分的に駆動し、かつ前記電磁石の磁界の磁束線の方向を周期的に反転する交流電力供給源を含む、請求項59に記載のホール電流イオン源。

**【請求項63】** 前記電磁石によって確立された前記磁界の磁束線の方向が、前記陽極放電領域の第二端部における前記陽極の表面に実質的に平行である、請求項59に記載のホール電流イオン源。

**【請求項64】** 前記電磁石によって確立された前記磁界の磁束線の方向が

、前記陽極放電領域を出る前記プラズマビームの方向と実質的に同じ方向に発散する、請求項59に記載のホール電流イオン源。

【請求項65】 前記陽極内部の前記間隙の寸法が、少なくとも前記陽極の前記間隙の付近に形成された局部プラズマの特性的D e b y e長よりも大きく、かつ間隙の形状が、前記陽極放電電流が前記陽極放電領域中に入る前記プラズマ維持ガスの局部領域付近の前記間隙内の前記陽極で実質的に維持されるように、前記間隙内の前記陽極上に視程蒸着を実質的に制限するために構成される、請求項59に記載のホール電流イオン源。

【請求項66】 配分手段が、前記プラズマビーム中に、かつ前記間隙を通して前記プラズマ維持ガスを導入する前記注入手段のそれから分離して、前記前駆ガスを直接導入するために前記ハウジング中に含まれる、請求項59に記載のホール電流イオン源。

【請求項67】 前記配分手段が、前記前駆ガスを前記陽極放電領域の外側へ導くために一つの端部に一つのノズルを持つ少なくとも一つの管を有する、請求項59に記載のホール電流イオン源。

【請求項68】 電圧が別のDC電力供給源によって前記陽極および前記電磁石に印加される、請求項59に記載のホール電流イオン源。

**【発明の詳細な説明】****【0001】**

本願は1997年7月25日出願の米国特許出願第08/901,036号の部分継続出願である（代理人整理番号No. 53257）。

**【0002】****[発明の分野]**

本発明は薄膜、硬化、耐摩耗性ダイヤモンド状炭素を蒸着する方法および装置、およびグリッドレス・ホール電流イオン源を使用するシリコンドープされたダイヤモンド状炭素コーティング並びにデータ記憶および他の適用のための保護コーティングを生成する工程の使用に関する。

**【0003】****[発明の背景]**

グリッド化イオン源をイオン源内の炭化水素ガス、炭化水素ガスの混合物および不活性ガスと炭化水素ガスとの混合ガスからのダイヤモンド状炭素コーティング（DLC）の直接蒸着に適用する従来技術には多数の例がある。二つの最近の記事がグリッド化イオン源の最近技術の DLC コーティングの蒸着への適用を説明する助けになる。M. ウエイラー他による「アプライド・フィジックス・レターズ」、Vol. 64, 2792-2799 ページ(1994)およびサットル他による「ジャーナル・オブ・アプライド・フィジックス」、Vol. 82, 4566-4575 ページ(1997)が、グリッド化イオン源の、アセチレン・ガスを使用した DLC の直接蒸着への適用を記載している。彼らの研究は、（1）供給ガスのイオン化の高い度合いが得られ、（2）イオン種の高い C/H 比が形成され、また（3）ビームの平均エネルギーがイオン・ビームから蒸着された C 原子当たり約 100 eV を提供するという条件で、高い s p<sub>3</sub> フラクションで 10 GPa よりも大きい硬度の DLC コーティングが中庸の蒸着率で 1 秒当たり約 10 Å まで蒸着することができる事を示す。したがって、グリッド化イオン源は一般的に硬い（すなわち、> 10 GPa） DLC コーティングを形成するために 100 ~ 250 eV 近くのイオン・エネルギーで動作する。

**【0004】**

他のドーパント要素、例えばシリコンを含有するDLCコーティングを生成することもできることも知られている。この種のコーティングは普通シリコンドープDLCまたはSi-DLCと呼ばれている。例えば、ブラウン他による1996年9月3日出願のいまだ継続中の米国特許出願第08/707,188号は、直接イオン・ビーム蒸着方法によってシリコン含有および炭素含有前駆ガスによって蒸着された磁気トランステューサおよび磁気記録媒体のためのSi-DLCコーティングを開示している。これらのSi-DLCコーティングは次の特性によって特徴付けられる：すなわち、約12GPa～19GPaの範囲のナノ押込みかたさ、約0.4GPa～1.8GPaの範囲の圧縮力、約 $1463\text{ cm}^{-1}$ から約 $1530\text{ cm}^{-1}$ の範囲のラマン・スペクトルG-ピーク・ポジション、約1原子%から約30原子%の範囲のシリコン濃度、および約25原子%から約47原子%の範囲の水素濃度である。かかる明細書中の実施例において、グリッド化イオン源はSi-DLCコーティングを蒸着する装置として開示されている。

### 【0005】

しかし、グリッド化イオン源は、近モノエナージェティック・イオン・ビームを形成するために必要である静電グリッド光学系の機能によってDLCおよびSi-DLC蒸着への適用が限定されていることは周知である。製造に当たり、この種のグリッドはビーム流濃度、従って、蒸着率を制限する。さらに、グリッドは、蒸着をグリッド光学系から除去するときに結局は生成を破壊し、保守サイクルを制限し、広範囲な保守問題を生じる蒸着で実質的にコーティングされることになる。グリッド化イオン源は一般的に $5 \times 10^{-4}\text{ Torr}$ 以下の低い真空圧で動作し、また一般的にほとんど全種類のガス状炭化水素化学物質に対して10Å/秒未満のイオン・ビームDLC蒸着率を有している。

### 【0006】

グリッド化イオン源に伴う制限を克服するために、従来技術ではDLCコーティングの蒸着にグリッドレス・ホール電流イオン源を使用する試みがなされている。これらのDCまたはパルス化DCデバイスにおいて、イオンは、装置の陽極近傍の大きい放電内で確立された電界Eを介するイオン生成の領域から加速される。この電界は、陰極からの陽極への電子ドリフト移動が磁界によって邪魔され

る陽極の近傍中の放電に課された静電磁界  $B$  によってもたらされる。陰極から放出された電子が衝突し異常な拡散を介して磁界を通り陽極に向ってドリフトするにつれて、電子が供給ガスをイオン化する。磁界線を横切る電子の限定された移動度が、陽極近傍で空間電荷と邪魔された磁界と実質的に直交する電界を形成する。陽極放電領域内で発生されたイオンが陽極から離れて加速される。陽極の放電とイオンの蓄積領域が電子を排除しないので、イオン・ビーム電流密度が、静電蓄積光学系において固有である空間電荷制限によって制限されることはない。陰極から放出された電子の一部とイオン化から放電内に解放された電子は、これが陽極・イオン加速領域から離れて伝搬する際、イオン・ビームを電気的に中性化させるようにも作用する。 $10^{-4}$  Torr 以上の圧力で、陽極放電領域から離れたイオン化とイオン・ビーム内の電荷交換プロセスが、電気的に中性化されたイオン・ビームおよび擬似中性拡散プラズマの両方として現れるソースの出力特性を作り出す拡散背景放電を形成することができる。グリッド化イオン源の近モノ・エナージェテック・イオン・エネルギー分布とは違って、このグリッドレス・イオン源は広範なエネルギー・スペクトルを有し、また非常に高いイオン電流密度を可能にする。自己中性化イオン・ビームと拡散性プラズマ両方の合成出力は、しばしば「プラズマ・ビーム」と呼ばれることがある。

### 【0007】

イオン源のこのタイプの他の特徴的性質は、陽極放電領域内の電子の  $E \times B$  ドリフト電流運動である。磁界の磁力線の回りでらせん形である電子が、 $E \times B$  ないしホール効果力を経験し、集合的に磁界と電界両方に対して直交する方向にドリフトする。これはホール効果ドリフト電流と呼ばれる。この電子ドリフト経路に沿って形成され得るホール電位を回避するために、これらのイオン源は、ホール効果電流を連続した閉経路に沿ってドリフトすることを可能にする陽極放電領域またはチャネルを有している。従来技術はこれらのタイプのイオン源を多数の名前で呼んでいる。すなわち、「磁気プラズマダイナミック・アーク・スラスター」、「ホール・アクセレレータ」、「閉ドリフト・スラスター」、また「ホール電流イオン源」である。本開示の便宜上、これらのデバイスを、概して、「ホール電流イオン源」と呼ぶ。この技術のさらに他の説明としては、カウフマン

他による1989年8月29日発行の米国特許第4, 862, 032号に開示された「エンドーホール」イオン源がある。

#### 【0008】

次の参照例はホール電流イオン源をDLCコーティングの蒸着に適用したものに関する従来技術を示す。

#### 【0009】

オカダ他による、「ジャパニーズ・ジャーナル・オブ・アプライド・フィジックス」Vol. 31, 1845-1854 ページ(1992)は、イオン注入および硬質、耐摩滅 DLCコーティングの蒸着に使用される高エネルギー・ホール電流イオン源を記載している。

#### 【0010】

フェドシープ他による、「ダイヤモンドおよび関連する材料」Vol. 4, 314-317 ページ(1995)は、比較的透明なDLCコーティングの蒸着に使用されるホール電流イオン源を記載している。

#### 【0011】

バルドウイン他による、1997年4月1日発行の米国特許第5, 616, 179号は、ダイヤモンド状、導電性で、電子放出炭素ベースのフィルムの蒸着のための工程、およびカウフマン他による‘032特許のエンドーホール・イオン源を使用するコーティングを記載している。

#### 【0012】

ナップ他による、1996年4月16日発行の米国特許第5, 508, 368号、およびペルトミクル他による1997年4月8日発行の米国特許第5, 618, 619号は、エンドーホール・イオン源またはホール電流イオン源が、約2から5 GPaのナノ押し込みかたさと、ガラスに匹敵する耐摩滅性を有する、C、Si、OおよびHからなる高透明性コーティングを蒸着するのに使用される工程を記載している。

#### 【0013】

グリッドレス・ホール電流イオン源での直接イオン・ビーム蒸着による多数の適用例に関する広い種類の基板上に硬化される製品に DLC および Si-DL

Cコーティングを蒸着するのが望ましい。より詳しく説明すると、グリッドレス・ホールー電流イオン源からDLCおよびSi-DLCコーティングを蒸着するのが望ましく、このようなコーティングは10GPaより大きい値のナノ圧痕硬度を有しており、またこのようなコーティングの蒸着率は製品の硬化（セッティング）において1秒当り10Åより大きい。一例として、超薄の、例えば、100Å未満の厚みの、好ましくは約20Åから50Å厚のDLCおよびSi-DLCオーバーコートを生成することが好ましく、その硬度はデータ記憶用途に使用され、ヘッド・ディスク・インターフェースの必要とされる減摩特性を提供するとともに、極めて低い磁気空間を維持する磁気トランステューサおよび磁気媒体上で10GPaより大きい。大量生産において、製品の処理量要件に一致させるために磁気ディスク上のオーバーコートは1秒当り約5Åから30Åの率で蒸着されることが望ましい。

#### 【0014】

DLCおよびSi-DLCの特性の適正化に加えて、これらのコーティングを製品環境に適用できるようにすることが同等に重要である。従って、ホールー電流イオン源は、DLCおよびSi-DLCコーティングを蒸着する際に次の付加的な特性および能力を有することが必要である：すなわち、

- 1) イオン源の陽極放電領域内で形成される非導電性炭化水素コーティングに対して比較的に無反応性であるため、比較的に高い電力および放電電流レベルで動作すること、
- 2) イオン源の幾何学的形状に関して信頼性があり、一貫性と対称性があるビーム出力を有していること、
- 3) アークの発生および他の望ましくない電気的過渡現象に対する潜在的損傷がないこと、
- 4) 点火（ignit）および周期的オン-オフ動作への適用が容易であること、
- 5) 大きい表面積を包含する用途に対して容易に計測できること。

#### 【0015】

従来のホール電流イオン源は全て、製造環境において DLC および Si-DLC コーティングの蒸着のためにこれらの使用を禁止する制限を被ることになる

。従来技術の参考例はいずれも、いかにしてDLCおよびSi-DLCコーティング製造環境内で非導電性DLCおよびSi-DLCコーティングの高率蒸着に関連する問題を克服するかについては教示していない。

### 【0016】

オカダ他はメタンからDLCフィルムの蒸着中に比較的高いビーム・エネルギー（約200から1000eV）のホール電流イオン源の使用を開示しているが、Si-DLCコーティングに装置を適用することは開示していない。これらの大型で洗練されたデバイスは多数の電磁石を使用してその拡張加速チャネル内に磁界を形成する。陽極集合体の直接能動冷却はなく、また装置は数sccmの低ガス流量と、1アンペアに近い低陽極対陰極電流で作動される。500eV程度のイオン・ビーム・エネルギーを使用することで、イオン源の表面の10cm下流でメタンから蒸着されたコーティングの最高ヴィッカース硬度は高く、1.0グラム負荷で約4600kg/mm<sup>2</sup> ヴィッカー硬度であった。しかし、蒸着率は所望したより極めて低く1秒当りわずか1から2Å程度であった。このイオン源をいかにして動作し、形成して高い蒸着率でDLCまたはSi-DLCを生成するか教示していない。さらに、ホール電流イオン源のこのタイプのものは、自己持続連続電子放出を発生させる独立した陰極を有していない。このことは製造時において周期的オノーオフ動作を困難にしている。それ自体高率で高硬度のDLCコーティングが蒸着でき、あるいは高率でコーティングの直接蒸着に対応する共通問題に焦点を当てることができるこの拡張チャネル・ホール電流イオン源についての報告や実施例はない。

### 【0017】

フェドシープ他は、水冷式陽極を備えたホール加速イオン源内に水素と炭化水素供給ガスの混合物を使用して DLCコーティングを生成する。かれらの意図は光学的に透明なDLCコーティングを光吸収の低いレベルで生成することであった。水素にメタン、エタンおよびアセチレンを加えた供給ガスから生成されたDLCコーティングがイオン源の表面から18cmに配備された基板上に蒸着された。蒸着率は1秒当り約2から30Åの範囲である。しかし、DLCコーティングのヴィッカース硬度は非常に低く、5gの非常に軽い負荷で測定して400か

ら  $1,000 \text{ kg/mm}^2$  (4から  $10 \text{ GPa}$ ) の範囲である。さらに、DLCコーティングの硬度はこのような低い圧子負荷の使用によって過大評価されることが知られている。このように、フェドシープのホール加速イオン源によっていかにして非常に高い硬度の DLC コーティングを達成するかを示唆する教示はない。

### 【0018】

バルドウイン他による、「179特許はエンドーホール・イオン源を使用してアモルファスまたはナノフェース DLC コーティングを蒸着する工程を開示している。この工程の一実施例において、アルゴンを組み合わせた種々の炭化水素ガスが、 $8 \text{ GPa}$  の硬度で 1 秒当り約  $33 \text{ Å}$  程度の高い速度で DLC コーティングを蒸着するのに使用される。かれらの好ましい実施例において、バルドウイン他は DLC フィルムが、蒸着された C 原子当り約 90 から  $100 \text{ eV}$  のイオン・エネルギーでメタン／アルゴン混合物からエンドーホール・イオン源と、約  $0.2 \text{ A/cm}^2$  のビーム電流密度によって生成されると教示している。どの他の教示もいかにして高い蒸着率で非常に硬い DLC または Si-DLC コーティングの蒸着を可能とするような工程条件、あるいはエンドーホール・イオン源の形態を変更するか教示していない。

### 【0019】

ナップ他およびピータミシェル他による、「368特許および「619特許はそれぞれ、改善された耐摩耗性と改善された寿命を伴う物質を製造するイオン・ビーム蒸着方法を開示している。これらの発明の例および好ましい実施例の詳細な説明において、エンドーホール・イオン源がメタンとシクロヘキサンを含む炭化水素ガスで作動され、DLC を蒸着する。これらの特許は、約 2 から  $5 \text{ GPa}$  の範囲の好ましい硬度と低い圧縮力を伴う高い拡張性のある耐摩減性の蒸着に主として焦点が当てられている。ナップ他はまたこの方法のためにホール電流イオン源（すなわち、ホール加速イオン源）の他のタイプの適用について触れているが、いかにしてこの種の別のグリッドレス・イオン源が設計され、生成され、または作動されるか検討ないし教示していない。このように、いかにしてホール電流イオン源が適用されて高い生産性で高い硬度の DLC または Si-DLC コ

ーティングを形成するかを示唆する教示はない。

### 【0020】

従来技術によるホール電流イオン源のさらに他の動作上の欠点は、マホーニイ他による1997年7月25日出願され、いまだ同時係属中の米国特許願第08/901,036号に開示されており、ここではその説明を参考例として取り入れる。

### 【0021】

次に説明するのは、DLCおよびSi-DLCコーティングの蒸着のための従来技術によるホール電流イオン源の適用例の欠点の概要である。

- 1) 10GPaより大きい硬度と1秒当たり10Åより大きい蒸着率を伴う DLCコーティングを生成することができない。
- 2) 高い蒸着率とビーム電流フラックスを促進するために、拡張された時間周期で比較的高い電力と放電電流レベルで動作することができない。
- 3) 動作が、イオン源の陽極放電領域内で形成される非導電性炭化水素コーティングに敏感である。
- 4) イオン・ビーム特性が、時間的に信頼性がなく、一貫性がなく、またイオン源装置の幾何学形態に関して空間的に非対称である。
- 5) 製造を妨げるプラズマ・アーク、短絡および他の望ましくない電気的過渡現象のために損傷の影響を受けやすい。
- 6) 周期的オンーオフ操作を容易に開始し適用することができない。
- 7) 大きい表面積または幅を包含する適用例を計測することが困難である。

### 【0022】

#### [発明の要旨]

本発明の方法はDLCまたはSi-DLCコーティングをホール電流イオン源を使用して基板の表面上に蒸着することからなる。このホール電流イオン源およびその実施例はマホーニイ他によるいまだ同時係属中の1997年7月25日出願の米国特許願第08/901,036号に開示されており、その説明はここでは参照例として取り入れる。特に、イオン源は、DLCおよびSi-DLCコーティングが蒸着されたときに、電子接触電流(electron contact current)が連続

して、かつ実質的に均一に陽極の回りに持続することができる1つのもしくは複数の導電性表面積を提供する非放射性または流体冷却陽極を含有する。

#### 【0023】

本方法の初期工程において、基板はホール電流イオン源を含む蒸着真空室内に取り付けられ、また空気はチャンバーから排出される。不活性ガスが少なくとも一つの自己持続陰極電子源に供給され、また電子源が電源手段、すなわち、一つのまたはそれ以上の電力源によって適切に励起されて、電子のホール電流イオン源の陽極への供給が提供される。陽極は、プラズマの形成が陽極の背後にあるホール電流イオン源の内部に侵入することを阻止する方法で真空室から電気的に絶縁されている。プラズマ維持ガスが陽極の間隙を通って真空室の陽極放電領域に導入される。次に、電圧が印加され、放電電流がアノードと電子ソース間に流れるようにする。付加的に、電圧は電磁気手段、すなわち、ホール電流イオン源の少なくとも一つの電磁石のための電磁石電源に印加され、電磁石に電流を流す。これは磁界が陽極放電領域にわたって形成されまた、電子がプラズマ維持ガスをイオン化し、さらに陽極放電領域全体にガス・イオンのプラズマ・ビームを形成する結果となる。DLCまたはSi-DLCの層が炭素含有前駆ガスまたはそれぞれシリコン含有および炭素含有前駆ガスの混合物から蒸着されたプラズマ・イオン・ビームである。蒸着中、陽極は放射熱放出以外に、すなわち、対流冷却または伝導冷却の使用による以外に熱的に冷却手段によって冷却される。好ましくは、陽極は流体冷却陽極である。真空室圧力が大気圧まで上昇し、DLCコーティングまたはSi-DLCコーティングを施された基板製品が回収される。

#### 【0024】

回収されたDLCおよびSi-DLCコーティングは、特有のホール電流イオン源を使用して10GPaを超える硬度を有し、また5Å/秒を実質的に超える速度、すなわち、約10から120Å/秒の範囲で蒸着される。このグリッドレス・イオン源は、DLCコーティングの製造に適用したときに、従来技術のイオン源の遭遇した問題を克服する特性を例示する閉経路または非閉経路ホール電流イオン源である。

#### 【0025】

前駆ガスはプラズマ維持ガスと共に陽極内の間隙を通して、あるいはプラズマ・ビーム内に直接導入され、さらに陽極の間隙を通してプラズマ維持ガスの導入から分離して導入される。陽極内の間隙の寸法は、陽極中の間隙近傍に形成されたローカル・プラズマの特性デバイ距離(Debye length)よりも少なくとも大きい。間隙の形状は、陽極放電電流が陽極放電領域中に入るプラズマ維持ガスの局部領域付近の間隙内の陽極で実質的に維持されるように、間隙内でコーティングの視程蒸着を陽極上に実質的に制限するように構成される。間隙の形状は、陽極放電領域を通過するプラズマ維持ガスのローカル化領域近傍の間隙内で陽極に実質的に維持されるように形成される。

### 【0026】

この特有のホール電流イオン源は：

- (a) プラズマが陽極の後方に形成されることを阻止するように絶縁的にシールされた陽極と；
  - (b) 陽極を冷却する非放射性冷却手段と；
  - (c) 自己持続陰極、すなわち、独立した電源を有する陰極と；
  - (d) 少なくとも部分的に、陽極から自己持続陰極への放電電流、または独立した直流電流(DC)で周期的に反転する、すなわち交流(AC)源からの放電電流で作動する電磁石と；
  - (e) インジェクタまたは他のインジェクション手段を通してプラズマ維持ガスを導入する陽極内の少なくとも一つの間隙と；
- からなる。

### 【0027】

そのDLCコーティング蒸着への適用において、ホールー電流イオン源装置が閉止または非閉止ホールー電流ドリフト経路領域で形成されている。かかる非閉止ホール電流イオン源は、空間時間平均出力が幾何学的形状にまたイオン源の寸法に関して対称であるプラズマ・ビームを形成するために、周期的に反転ないし交代する磁界を使用する。この非閉止ホールー電流イオン源はDLCおよびSi-DLCコーティングを広い面と基板上に蒸着する際に特に有用である。

### 【0028】

DLCまたはSi-DLC処理がホールー電流イオン源の陽極領域上に高い絶縁蒸着を生成したときに、電磁石が部分的に陽極から自己持続陰極への放電電流か、あるいは独立した周期的に反転ないし交代する電流源からの電流を操作することが直流電流源に対して好ましいことがわかっている。しかし、陽極領域上に弱い絶縁性または導電性蒸着の原因となる処理条件、例えばアセチレン前駆ガスの使用によって、電磁石に直流源を使用する安定した方法でホール電流源を動作させることができることがわかった。

### 【0029】

前駆ガス（非反応維持ガスとともに、またはこれなしに）を完全にまたは部分的にホールー電流イオン源の陽極放電領域に導入することによって、1秒当り約10から約200Åの範囲の率で、約10GPaから約40GPaの範囲の硬度で、また約0.5から8GPaの範囲の圧縮ストレスでDLCコーティングを蒸着することができ、また1秒当り約5から約200Åの範囲の率で、約10GPaから約40GPaの範囲の硬度で、約0.5から6GPaの範囲の圧縮ストレスで、また約2から約48原子%の範囲のシリコン濃度でSi-DLCコーティングを蒸着することができる。さらに、高いビーム電流密度で特有なホール電流イオン源の動作によって、種々の炭化水素供給ガスを使用して、驚くべき低い時間平均イオン・エネルギー、すなわち、40eV未満で予期しない硬度のDLCコーティングの蒸着が可能である。

### 【0030】

#### [発明の詳細な説明]

本発明のホールー電流イオン源の詳細な説明、その動作および実施形態は、1997年7月25日出願の米国特許第08/901,036号にすでに説明されており、本明細書ではこれを参照により援用する。図1はホールー電流イオン源の一つの特定する軸対称実施例を示す。装置10は閉経路ホールー電流イオン源装置の基本要素からなる。ホールー電流イオン源10は陰極集合体12、キーパー集合体13、磁界回路集合体および電磁石14、陽極集合体16、および電圧を供給して陰極電子放出源18を駆動する分離電力供給手段（図示せず）および陽極16と電磁石14を駆動する電力供給手段（図示せず）からなる。水冷磁

気コア集合体20、バック・プレート22、外部シェル24、外部電極プレート26と、内部極片28からなる磁界回路が、シリンダー状イオン源ハウジング集合体10の中央内に位置づけされた電磁石14によって駆動される。電力供給段がDC、AC、RF、パルス電圧波形を形成またはこの種の電圧波形の組み合わせを供給するが、DCおよびパルス化DCは従来通り使用される。

### 【0031】

非磁気ステンレススチール・陽極集合体16は、内部陽極リング30と外部陽極リング32と、両リング30と32との一致によって規定される間隙34と、電気的に絶縁されたガス供給ライン42によって供給されるガス分配マニホールドまたは注入リング40とからなる。数個のガス注入ホールは、ガスをマニホールド40から間隙34へ均一に分配するように、寸法づけられて、隔置されている。陽極116は2つの水冷チャネルも含んでいる。アノード集合体16は、ファスナーの2つの円形アレイ、例えば肩ねじ44によって一緒に保持されるとともに、一般的に高温セラミックから作られる内部絶縁リング48と外部絶縁部材50によって磁気回路集合体から絶縁されている。陽極集合体16が、数個のファスナー62と絶縁部材64によってフランジ集合体60の下側に固定されている。加速チャネル70をシールするために、極片28と絶縁リング48とリング30間、および極片26と絶縁リング50とリング32間の面の取り付けと仕上げが十分に行われ、プラズマのイオン源ハウジング10の内部領域80への分散を阻止する。

### 【0032】

DLCおよびSi-DLCコーティングのイオン・ビーム蒸着に関して特有の能力を提供するこのホールー電流イオン源の新規な態様には、

- (a) プラズマ・ビームの形成と加速のための陽極放電領域と；
- (b) プラズマが陽極の後方に形成されることを阻止する絶縁状態にシールされた陽極と；
- (c) 陽極を冷却するための非放射冷却手段と；
- (d) 自己持続陰極、すなわち、独立した電源を有する陰極と；
- (e) 陽極から自己持続陰極への放電電流、あるいは独立したDC

であり、周期的に反転する電流またはA Cからの電流のいずれかで少なくとも部分的に作動する電磁石と；

(f) プラズマ維持ガスまたは作動ガスを導入する陽極内の間隙と；  
が含まれる。

#### 【0033】

付加的な独特の特徴、能力およびホールー電流イオン源の実施形態は、マホニイ他による1997年7月25日出願され、いまだ係属中の米国特許願第08/901,036号で説明されている。

#### 【0034】

このホールー電流イオン源の有用な特性によって、炭素を含有する前駆ガスからのDLCコーティングの蒸着と、またシリコン含有および炭素含有前駆ガスからのSi-DLCコーティングの蒸着がうまく適合される。さらに、イオン・ビーム・エネルギーが実質的にこれまでに硬質DLCおよびSi-DLCコーティングを合成するのに必要であると考えられていたよりも実質的に低いときにおいてさえも、その適用は非常に硬質であるDLCおよびSi-DLCコーティングの蒸着の思いがけない高い率という結果となる。このホール電流イオン源を使用することで、約10から40GPaの範囲の硬度値を有するイオン・ビームDLCおよびSi-DLCコーティングが、1秒当たり約5から200Åの範囲の蒸着率で約40から100eVの範囲の平均イオン・エネルギーが可能になり得る。

#### 【0035】

本発明の方法によるDLCコーティングの蒸着のために、前駆ガス混合物が、炭素含有化合物からなり、かかる混合物がこれに限定しないが、メタン、エタン、エチレン、ブタジエン、アセチレン、ヘキサン、およびシクロヘキサンのようなりニア状またはサイクル状炭化水素化合物であり、これに限定しないが、アルゴン、ネオン、ヘリウム、キセノン、クリプトン、およびこれらの化合物を含む不活性ガスと混合される。さらに、DLCフィルムの特性をさらに修正するために、これに限定しないが、水素、窒素、窒素含有化合物、フッ素含有化合物およびこれらの化合物を含む反応ガスが、イオン源供給ガスに付加される。

#### 【0036】

本発明の方法によるSi-DLCコーティングを蒸着するために、前駆供給ガス混合物がシリコン含有および炭素含有化合物から作られ、これらの化合物はこれに限定しないが、シラン、ジシランのようなシラン化合物、およびメチルシラン、ジメチルシラン、トリメチルシラン、テトラメチルシラン(TMS)、ジメチルシラン(DES)のような有機シラン化合物を含み、これらはこれに限定しないが、メタン、エタン、エチレン、ブタン、ブタジエン、ヘキサン、シクロヘキサンおよびそれらの混合物、およびアルゴン、ヘリウム、キセノン、キプロトンおよびこれらの混合物のような不活性ガスを含む炭化水素化合物と混合される。さらに、これに限定されないが、水素、窒素および窒素含有化合物またはフッ素含有化合物またはこれらの混合物を含む反応ガスが、前駆ガス・ストリームに付加され蒸着されたSi-DLCコーティングの特性を修正する。シリコン含有前駆ガスがイオン・ビーム源内に導入され、本発明のSi-DLCコーティングの優れた接着性と摩擦学的性能を得るのに必要とするSi-DLCコーティング中のシリコン・ドーピング・レベルを提供することが重要な特徴である。

### 【0037】

次に、ホールー電流イオン源を高い硬度のDLCおよびSi-DLCコーティングの高い速度の蒸着への適用を説明をする。図2は図1に示したものと同様の公称陽極直径7.6cmを伴う閉絶路ホールー電流イオン源100を示す。図2において、イオン源は真空室110に取り付けられて示されている。取付部材は当該技術において周知の従来の真空フランジまたは他の取付手段(図示省略)によって作ることができる。イオン源100はまた真空室(図示省略)内に当該技術において周知の取付手段を使用して内部から取り付けることができる。真空室110はポンプ112から低圧に、例えば10mTorr未満にポンプ抜きされる。イオン源はプロセス・フィクチャ122によって支持されるか、取り付けられた基板120に向けられる。これに限定しないが、アルゴン、クリプトンおよびキセノンを含む不活性ガスのようなプラズマ維持ガスが、陽極124を通して陽極放電領域70に導入される。DLCまたはSi-DLCの蒸着のための前駆ガスが陽極を通してプラズマ維持ガスと一緒に、あるいはガス・マニホールドまたは一つのまたはそれ以上のノズル130を介して陽極放電領域の開口端近傍に

別々に導入される。ホールー電流イオン源の電磁石140は、自己持続陰極143に電力を供給する電力源142からの陽極電流IAによって、あるいは別の方  
法として図2に示したように、磁界を陽極放電領域70内に形成するために独立  
したACまたはDC電流源144によって完全にまたは部分的に駆動される。AC  
電磁石形態が使用されるとき、陽極電流および陽極電圧が調整（変調）され、  
次に、ビーム電流と平均イオン・エネルギーが調整される。一般的な動作条件下  
で、rms（二乗平均平方根値）陽極電位が50から150Vの範囲にあり、またrms  
陽極電流IAが3から15アンペアの範囲にある。このタイプのホールー電流イ  
オン源からの時間平均された平均ビーム・エネルギーは、一般的に陽極  
電位（または約20から100eV）のrms値の約0.3倍から0.6倍であ  
り、また時間平均合計ビーム電流は一般的に陽極放電電流IA（または約0.3  
アンペアから7アンペア）の約0.1倍から0.4倍である。

### 【0038】

さらに、一つを超えるホールー電流イオン源が蒸着をコーティングするのに使  
用されてもよい。図3は図1のものと同様の特徴を有し、半製品210の両側部  
を処理するために配置された二つのホールー電流イオン源200と202を示す  
。この場合において、ホールー電流イオン源は電力源220と222によって独立  
して電力を受ける、また各々それ自体の自己持続陰極230と232を有してい  
る。さらに、各イオン源の電磁石240と242は別々のAC電力源244と2  
46によって駆動される。この両側形態が基板ないしフィクチャ210の両側を  
同時に処理ないしコーティングするのに特に有利である。この形態の有利性の一  
例として、磁気ディスクの両側への同時DLCおよびSi-DLCの蒸着があげ  
られる。

### 【0039】

本発明の適用範囲内において、基板は金属、半導体、セラミック、ガラス、ポ  
リマーまたはこれらの組み合わせたものからなり、DLCまたはSi-DLCコ  
ーティングのための接着強化中間層を含めてもよいし、含めなくてもよい。接着  
層が所望されるこれらの適用例に対して、この種の層はホールー電流イオン源装  
置によって、あるいはDLCまたはSi-DLCコーティングの蒸着前に真空室

内またはその外部に従来の代用手段によって蒸着することができる。

### 【0040】

DLC または Si-DLC コーティングの蒸着の工程は、主として（1）源と基板の間隔および方向付け、（2）陽極電流、電圧または電力、（3）電磁石電流または電磁石内のアンペアーターン、（4）プラズマ維持ガス流、（5）前駆ガス配合、および（6）前駆ガス流量の組み合わせによって制御される。一般的に、陽極電流と陽極電圧は、従来の中空陰極電子源が使用されるときは、独立していない。しかし、陽極電流と陽極電位は、フェドシープ他によって開示されたような高温フィラメントで助長された中空陰極電子源を使用することによって分離させることができる。固定陽極電流セッティングにより、このタイプの陰極からの電子放出が、陽極放電領域内で帶電粒子発生の率に対する陰極電子の陽極放電領域への注入を制御することによって独立して陽極電圧（電力）を制御するのに使用できる。

### 【0041】

#### [実施例]

以下に続く本実施例は本発明のホール電流イオン源を使用して DLC および Si-DLC の蒸着用のプロセスを図示する。これらの実施例は例示のみを目的とするものであり、特許請求の範囲を限定するものではない。

### 【0042】

実施例 A - E において以下の操作条件が設定されまたは計測が行われた。

(a) 図 2 に描かれたものと類似のホール電流イオン源が拡散ポンプを用いた高真空蒸着チャンバー内部に十分に浸された。

(b) シリコンウエハのような基板と金属ディスクが、それらがイオンビーム中に回転して搬入され、所定の期間静止して置かれ、次いでイオンビームから回転して搬出されるように、回転プレートまたは胴体上のイオン源の面から所定の距離に置かれた。標本面は蒸着の間、イオン源の軸に対して垂直でかつ中心を合わせて配置された。

(c) 真空チャンバーは蒸着プロセスを開始する前に、 $10^{-5}$  Torr 未満の圧力に排気された。

(d) イオン源の中空陰極が起動され、約15 sccmのアルゴンおよび約1から3アンペアのキーパー対陰極電流で定常運転状態に調節された。

(e) ガスがイオン源に導入され、標本表面のプリクリーニング（アルゴンガスを使用）、層間蒸着、DLC蒸着、Si-DLC蒸着またはその組合せを実行するためにイオン源陽極放電が開始された。

(f) 蒸着の完成時、陽極放電および中空陰極放電は停止され、真空チャンバー圧力は大気圧まで上昇され、DLCまたはSi-DLCコーティングされた標本が回収された。

#### 【0043】

DLCおよびSi-DLCコーティングの厚みと蒸着量はTencor P-10粗面計で実施される粗面計測測定から決定された。応力測定は、Frontier Semiconductor Measurements FSM 8800膜応力測定機械により、直径100mmのSi応力ウェハ上の膜から決定された。ナノ圧痕硬度の測定は、約2500Åより大きい厚みのDLCおよびSi-DLCコーティングについてNano Instruments Inc. Nanoindenter IIによって行われた。

#### 【0044】

##### 実施例A

7. 6cmの通常の陽極間隙直径で図1に示されるものと類似のホール電流イオン源がDLCコーティングを蒸着するために使用された。イオン源の電磁石は陽極放電電流によって電力供給される。試験された各プロセス条件について、直径100mmのシリコンウェハ基板がイオン源面から18cmの位置に置かれた。蒸着に前に、Si標本表面は蒸着イオン源のビーム中に回転して搬入される前に、二次イオン源によって発生されるアルゴンイオンのビームを使用してスパッタ洗浄された。

#### 【0045】

DLCコーティングは、アルゴンとメタンガスと共にイオン源を操作することにより蒸着された。アルゴンプラズマ維持ガスは約20から40sccmの流量でイオン源の陽極間隙を通して導入された。メタン前駆ガスが約60から100

sccmの全流量で導入され、イオン源の面から約1cmの所で陽極放電領域の外径の周りに対称的に配置された四つの外径0.64cmの金属ノズルを通して等しく配分された。

#### 【0046】

DLC蒸着プロセスの間、真空圧力は0.4から0.8mTorrの範囲にあり、陽極電流は約7から9アンペアの範囲にあり、そして陽極電圧は約120から150ボルトである。粗面計測測定でDLCコーティングについての平均蒸着量が毎秒14から20Åの範囲であることをが示された。DLCコーティングの圧縮応力およびナノ圧痕硬度はそれぞれ約1から $1.5 \times 10^{10}$ dynes/cm<sup>2</sup>および約12から14GPaの範囲であった。

#### 【0047】

##### 実施例B

実施例Aに使用されたものと同じホール電流イオン源が、アルゴンおよびアセチレンガスと共にイオン源を操作することにより DLCコーティングを蒸着するために使用された。しかしながらこの実施例においては、イオン源の電磁石はAC電力供給源によって電力供給された。

#### 【0048】

蒸着に先行して、2500から5000Å厚の高応力DLCコーティングの蒸着の前に接着強化用の中間層として100から200Å厚のSi-DLC層が蒸着された。Si-DLCの薄い層がノズルを通してテトラメチルシラン前駆ガスを流すことにより蒸着された。DLC蒸着プロセスについて、アルゴンプラズマ維持ガスが15から25sccmの流量でイオン源の陽極間隙を通して導入され、およびアセチレン前駆ガスが40から80sccmの全流量でノズル（複数）を通して導入された。

#### 【0049】

DLC蒸着プロセスの間、真空圧力は0.4から0.8mTorrの範囲にあり、実効陽極電流レベルは約5から11アンペアの範囲にあり、および陽極電圧は約60から100ボルトである。粗面計測測定でDLCコーティングについての平均蒸着量が毎秒8から23Åの範囲であることが示された。DLCコーティ

ングの圧縮応力およびナノ圧痕硬度はそれぞれ約 $0.4$ から $3.8 \times 10^{10}$  dynes/cm<sup>2</sup>および約 $11$ から $22$  GPaの範囲であった。

### 【0050】

#### 実施例C

実施例Aで使用されたものと同じホール電流イオン源構成を、アルゴンおよび $1,3$ -ブタジエンガスと共にイオン源を操作することによりDLCコーティングを蒸着するために使用した。実施例Bと同様に、イオン源の電磁石はAC電力供給源によって電力供給された。

### 【0051】

また実施例Bと同様に、高応力DLCコーティングの蒸着の前に接着強化用の中間層として $100$ から $200$  Å厚のSi-DLC層が蒸着された。DLC蒸着プロセスについて、アルゴンプラズマ維持ガスが $15$ から $25$  sccmの流量でイオン源の陽極間隙を通して導入され、およびブタジエン前駆ガスが $30$ から $60$  sccmの全流量でノズル(複数)を通して導入された。

### 【0052】

DLC蒸着プロセスの間、真空圧力は $0.4$ から $0.8$  mTorrの範囲にあり、実効陽極電流レベルは約 $5$ から $11$ アンペアの範囲にあり、および陽極電圧は約 $60$ から $100$ ボルトである。粗面計測測定はDLCコーティングについての平均蒸着量が毎秒 $10$ から $19$  Åの範囲であることを示した。DLCコーティングの圧縮応力およびナノ圧痕硬度はそれぞれ約 $0.7$ から $2.7 \times 10^{10}$  dynes/cm<sup>2</sup>および約 $10$ から $18$  GPaの範囲であった。

### 【0053】

#### 実施例D

実施例Bに使用されたものと同じホール電流イオン源が、アルゴンおよびアセチレンガスと共にイオン源を操作することによりDLCコーティングを蒸着するために使用された。しかしながらこの実施例において、Siウェハ基板はイオン源の面から約 $10$  cmおよび約 $18$  cmの距離に位置決めされた。

### 【0054】

DLC蒸着プロセスについて、アルゴンプラズマ維持ガスが $50$  sccmの流

量でイオン源の陽極間隙を通して導入され、およびアセチレン前駆ガスが10から80 sccmの全流量でノズルを通して導入された。

#### 【0055】

DLC蒸着プロセスの間、真空圧力は0.5から0.7 mTorrの範囲にあり、実効陽極電流レベルは約10から12アンペアの範囲にあり、および陽極電圧は約60から100ボルトである。粗面計測測定でDLCコーティングについての平均蒸着量が毎秒13から120 Åの範囲であることを示めされた。 DLCコーティングの圧縮応力およびナノ圧痕硬度はそれぞれ約0.3から $4.5 \times 10^{10}$  dyne/cm<sup>2</sup>および約2から25 GPaの範囲であった。

#### 【0056】

10アンペアと12アンペアの陽極電流、および10 cmのイオン源対基板間の距離に対するアセチレン前駆ガス流量（10から80 sccm）の関数としてのDLC蒸着量およびナノ圧痕硬度がそれぞれ図4および図5に表されている。

#### 【0057】

##### 実施例E

この実施例はホール電流イオン源を使用してSi-DLC層の蒸着を図示する。この実施例において、Si-DLC材料は基板とDLCの上部コーティング層との間の接着強化用の中間層として用いられた。この多層コーティングプロセスはホール電流イオン源を使用して高接着性の肉厚DLCコーティングが得られることを示すもので、そのDLCコーティングは約 $1 \times 10^{10}$ から $4 \times 10^{10}$  dyne/cm<sup>2</sup>の範囲の圧縮応力を持つ。

#### 【0058】

実施例Aに使用されたものと同じホール電流イオン源がアルゴン、テトラメチルシリラン（TMS）、およびアセチレンガスと共にイオン源を操作することによりSi-DLCおよびDLCコーティングを蒸着するために使用された。コーティング蒸着の間、アルゴンプラズマ維持ガスが蒸着イオン源の陽極間隙を通して導入され、および前駆ガス（TMSおよびアセチレン）は実施例Aに示すようにノズルを経て導入された。イオン源の電磁石はAC電力供給源によって電力供給された。試験された各プロセス条件について、直径100 mmのシリコンウェハ

基板がイオン源面から 18 cm の位置に置かれた。蒸着の前に、Si 標本表面は蒸着イオン源のビーム中に回転して搬入される前に、二次イオン源によってスパッタ洗浄された。

#### 【0059】

三つのコーティング層が多層 DLC コーティングを含むために蒸着された。(1) Si の最高原子濃度を持つ第一 Si-DLC コーティング層間、(2) Si の低原子濃度を持つ第二 Si-DLC コーティング層間、および(3) DLC の上部コーティング層。あるコーティングは Si-DLC 付着層なしに試みられた、すなわちステップ(3)のみが実施された。

#### 【0060】

第一 Si-DLC コーティング層について、陽極を通るアルゴンプラズマ維持ガスの流量は 18 sccm であり、ノズルを通る TMS 前駆ガスの流量は 7 sccm であった。真空チャンバー圧力は約 0.3 mTorr、実効陽極電流は 9 から 11 アンペアの範囲であり、および実効陽極電圧は約 80 から 90 ボルトの範囲であった。Si-DLC の第一層についての蒸着時間は約 30 秒であった。

#### 【0061】

第二 Si-DLC コーティング層について、陽極を通るアルゴンプラズマ維持ガスの流量は 18 sccm であり、前駆ガス供給は TMS の流量 7 sccm プラスアセチレンの流量 60 sccm よりなっていた。真空チャンバー圧力は 0.7 mTorr、実効陽極電流は 9 から 11 アンペアの範囲であり、および実効陽極電圧は約 70 から 80 ボルトの範囲であった。Si-DLC の第一層についての蒸着時間は約 15 秒であった。

#### 【0062】

DLC 上部層について、陽極を通るアルゴンプラズマ維持ガスの流量は 18 sccm であり、前駆ガス供給はアセチレンの 60 sccm であった。真空チャンバー圧力は約 0.4 mTorr、実効陽極電流は 9 から 11 アンペアの範囲であり、および実効陽極電圧は約 80 から 90 ボルトの範囲であった。Si-DLC の第一層についての蒸着時間は約 140 秒であった。

#### 【0063】

ステップ（3）のみが準備された、すなわち Si-DLC層間なしのDLCコーティングは、テープ引張り乾燥付着試験およびイソプロピルアルコール拭き取り試験によって示されるように、シリコン基板に対して良く付着しなかった。事実これらのコーティングの区域は試料を真空チャンバーから除去する前に離層し始めた。しかしながらステップ（1）から（3）までによって準備されたすべてのコーティングは、付着についてのテープ引張りおよびイソプロピルアルコール拭き取り試験をパスした。粗面計測測定では、複合DLCコーティングの平均蒸着量は毎秒12から18Åの範囲であった。

#### 【0064】

##### 実施例F

この実施例はホール電流イオン源を使用するSi-DLCの単一層の蒸着を示す。この場合において、コーティングに要求される特性は、 DLCの上部層の蒸着を必要としながら、Si-DLCコーティングのみによって与えられる。実施例Bに使用されるものと同一のホール電流イオン源がアルゴンおよびTMSガスと共にイオン源を操作することによりSi-DLCコーティングを蒸着するために使用された。しかしながらこの実施例において、直径100mmのSiウエハ基板はイオン源の面から約10cmの距離に位置決めされた。

#### 【0065】

蒸着の前に、Si標本表面はアルゴンガスのみに基づいて操作されたホール電流イオン源を蒸着イオン源を使用するアルゴンイオンビームエッチングによってスパッタ洗浄された。

#### 【0066】

Si-DLC蒸着プロセスについて、アルゴンプラズマ維持ガスは、50scmの流量でイオン源の陽極間隙を通して導入され、TMS前駆ガスは7scmcの全流量でノズルを通して導入された。真空チャンバー圧力は約0.5mTorrであり、実効陽極電流は約7から10アンペアの範囲にあり、かかる実効陽極電圧は約50から75ボルトの範囲であった。Si-DLCコーティングについての蒸着時間は約240から300秒の範囲であった。

#### 【0067】

S i - D L C コーティングの粗面計測測定は、平均蒸着量が毎秒 1.2 から 1.6 Å の範囲で 1900 から 2100 Å の範囲のコーティング厚みを示した。S i - D L C コーティングの圧縮応力およびナノ圧痕硬度は研究された条件についてそれぞれ約 2.0 から  $2.3 \times 10^{10}$  dynes/cm<sup>2</sup> および約 17 から 18 GPa の範囲であった。

#### 【0068】

実施例 G - K は、本発明の閉鎖ドリフトホール電流イオン源が磁気データ記憶に使用される磁気ハードディスクへの適用のための D L C コーティングを生成するために利用された一連の実験結果を表す。これらの実施例は本発明の工程が磁気ハードディスクの表面上に卓越した摩擦学的特性を持つ非常に薄い保護 D L C コーティングを蒸着できることを表している。

#### 【0069】

実施例 L は、本発明の閉鎖ドリフトホール電流イオン源を使用する非常に高硬度の D L C コーティングを生成する実施例を論証する。

#### 【0070】

実施例 M は、矩形断面の陽極チャネルを有する本発明の非閉鎖ドリフトホール電流イオン源が D L C コーティングを蒸着するために使用される、本発明の別の実施例を論証する。このイオン源構成は、その中でディスクの大きなパレットがイオン源の前面を連続的に通過する大きなインライン蒸着システムにおける磁気ハードディスク上の D L C コーティングの蒸着に適する。イオン源はプラスチック、ガラスまたは金属または他の大きな基板のような大面積基板上への D L C および S i - D L C の蒸着にも適する。

#### 【0071】

実施例はさらに本発明の工程が二つのモードで量産に適する高蒸着量で磁気ハードディスク上に D L C コーティングを蒸着できることを示す。実施例 I に示された“パスバイ蒸着モード”において、基板はホール電流イオン源を引き続き操作することによって発生する炭素含有プラズマイオンビームを連続的に通過しながらコーティングされる。あるいは、実施例 H および J に示されるいわゆる“パルス型静蒸着モード”において、個々の基板はそれらがイオン源の前面に順次移

動されながら1つづつコーティングされる。このパルス型静蒸着モードにおいて蒸着フラックスは基板がイオン源の前面に位置付けされた後パルス始動され、DLCコーティングの適当な厚みの蒸着後にパルス停止され、次いで基板は DLC 蒸着ゾーンから除去される。

#### 【0072】

このパルス化モードの操作は、それによりイオン源の利用と、磁気ハードディスク製造用のいわゆる“静” 単一ディスク処理システムにおける DLC および Si-DLC コーティングの蒸着についての本発明の工程が可能となるので、工業的に重要である。この DLC および Si-DLC 用パルス化蒸着モードは、エレクトロニクス工業におけるウエハ処理用クラスタツールのような他の重要な工業的薄膜処理設備にも利用できるであろう。

#### 【0073】

実施例 G、H、I および J において、前駆ガス流が金属管製のノズルを経てイオン源の前面でプラズマビーム中に導入された。三つのノズル構成が実験で使用された。第一ノズル構成ではイオン源の面に平行な平面に向けられ、かつその約 0.25 インチ下流に向けられた四個のノズル管が使用された。ノズルは互いに対して 90° に向けられ、イオン源の中心に向かって半径方向内側に向けられた。各ノズルの端部は環状陽極チャネルの外径から約 0.25 インチのところに位置決めされた。この位置は以下のデータ表 1-4 において “IN” 位置として記されている。第二ノズル構成は、各ノズル端部が環状陽極チャネルの外径から約 1 インチに位置決めされた点を除いて、第一ノズル構成と同様であった。この位置は以下のデータ表 1-5 で “OUT” 位置として記されている。第三ノズル構成は、ノズルが環状陽極の中心を描く円に対する接線に沿う方向に、放電ゾーンを横切って前駆ガスの流れを放出するように向けられた点を除いて、第一と同様であった。この位置は表 1 で “SIDE” 位置として記されている。これらすべての実験において、炭化水素前駆ガス流が四個のノズルの各々の間で等しく分割された。

#### 【0074】

真空チャンバーは DLC 蒸着工程を開始する前に約  $1 \times 10^{-5}$  Torr にポン

プで低下させられた。

#### 【0075】

利用可能なポンプ能力の大きさと望ましい蒸着量によって、約2 sccmから約500 sccmの範囲の前駆ガス流を実施例Bのイオン源と共に使用できる。より高い前駆ガス流は蒸着チャンバー内のバックグラウンド圧力を増加する。より大きなポンプ能力により、全圧力を約10ミリTorrの望ましい最大圧力未満に維持しながら、より大きなガス流の使用が可能となる。

#### 【0076】

アルゴンプラズマ維持ガスはすべての蒸着過程についてイオン源を通して供給された。アルゴン流と炭化水素前駆ガス流の合計は実施例G、H、IおよびJに使用された特定のイオン源の最適操作のために約35 sccmを超えることが必要であると決定付けられた。この最小流はイオン源操作パラメータおよびポンプ能力で制御されるバックグラウンド圧力に依存する。

#### 【0077】

DLC蒸着中の真空チャンバー圧力はキャパシタンス圧力計で測定された。データ表1-4に示された指示圧力は、イオン源プラズマが遮断されたとき、約5ミリTorr程高く、蒸着工程によって炭化水素前駆ガスのかなりの消費量を示す。実験に使用された蒸着チャンバーは高真空ポンプの速度を絞る能力を有し、同様のガス流速度であるが、異なるチャンバー圧力で得られる結果の比較を可能にする。

#### 【0078】

蒸着試験は、その範囲がイオン源の全動作範囲よりも小さい陽極電流（イオン源プラズマ放電電流）を使用して行われた。陽極電力供給源は、陽極電圧が自動的に、望ましい陽極電流設定を達成するために要求される値に安定化するような、電流制御モードで動作された。特定の陽極電流設定について得られる陽極電圧はガス流量、チャンバー圧力、ノズル位置、イオン源のプラズマ領域の磁界およびイオン源の幾何学的配置、基板および真空チャンバーの関数であった。

#### 【0079】

イオン源内部の磁界は、独立した60 Hz AC電流供給源で操作される電磁石

によって誘起される。

### 【0080】

実施例G、H、IおよびJはDLCコーティングの蒸着用プロセスパラメータの下記の範囲を利用した。

- (a) 5から12アンペアの陽極電流、
- (b) 51から97ボルトの陽極電圧、
- (c) 0.29から1.43ミリTorrのチャンバー圧力、
- (d) 0.8から10アンペアの電磁石電流、
- (e) 16から260ガウスの磁界、
- (f) 20から60sccmの炭化水素前駆ガス流量、
- (g) 11から140sccmのアルゴンプラズマ維持ガス流量、
- (h) 4から14インチの、イオン源前面と基板間の距離。

これらの実施例に使用された処理パラメータの範囲は本発明のホール電流イオン源の全操作範囲よりも小さいことに注目すべきである。

### 【0081】

高密度磁気記憶装置での実際の使用について、イオンビーム蒸着DLCコーティングの望ましい厚みは約20Åから100Åの範囲である。しかしながら DLC材料のラマン分光法の特性付けを容易にするために、磁気ディスク基板への DLCコーティングの良好な付着を維持しながら、磁気ディスク上の DLCコーティングの厚みはしばしば約800Åにまで厚く作られた。7100Åまでの厚みを有する DLCコーティングは、圧縮応力およびナノ圧痕硬度のような機械的特性の測定のためにシリコンウェハ上に蒸着された。

### 【0082】

実施例GおよびHにおいて、蒸着された DLCコーティングは 10 GPaを超えるナノ圧痕硬度、0.5 GPaを超える圧縮応力および 1500 cm<sup>-1</sup>を超えるラマンGピーク位置、および一般的に1を超えるラマン背景（ルミネセンス）勾配によって特徴付けられた。

### 【0083】

実施例I、JおよびKにおいて、磁気ディスク上の薄い DLCコーティングは

工業標準コンタクト・スタート・ストップ(CSS)試験を使用して摩擦学的性能について試験された。CSS試験の前に、潤滑剤の薄い層がDLCコートされたディスク表面に付けられた。2つのタイプのCSS試験条件が採用された。第一試験条件は室温約20℃から25℃および相対湿度30%から50%の周囲条件を使用した。第二タイプのCSS試験マグネットロンスパッタ炭素コーティングについて非常に苛酷であるとして知られる条件、すなわち上昇された温度55℃および相対湿度5%を使用した。DLCコーティングの摩擦係数はそれぞれの試験の前後で測定された。

#### 【0084】

約50Åの範囲の厚みの工業標準マグネットロンスパッタ炭素コーティングは、一般的に周囲条件において10,000回CSSサイクル未満において失敗し、かつ周囲条件において決して20,000回CSSサイクルを超えて続かない、ということが広く認識されている。また、工業標準マグネットロンスパッタ炭素コーティングの性能は、周囲CSS試験条件下よりも上昇された温度および低減された相対湿度のCSS試験条件下においてはるかに悪い、ということも認識されている。

#### 【0085】

マグネットロンスパッタ炭素コーティングの既知の性能に基づいて、もし50Å厚イオンビームDLCコーティングが周囲条件において20,000回CSSサイクルを、および上昇された温度および低減された相対湿度において10,000回CSSサイクルを通過するならば、スパッタ炭素によって達成してきたものをはるかに超える予期せざるかつ顕著な性能が検証されるであろう、ということが決定付けられた。従って、イオンビームDLCコーティングについてのCSS試験は、失敗時にまたは周囲条件において20,000回CSS試験サイクル時に停止するように設定され、かつ失敗時にまたは上昇された温度および低湿度条件において10,000回CSS試験サイクル時に停止するように設定された。

#### 【0086】

実施例G

DLCコーティングを、炭化水素前駆ガスとしてアセチレンまたは1, 3.ブタジエンを使用して実施例Bのホール電流イオン源により、シリコンウェハおよび磁気ハードディスク上に蒸着した。蒸着施行のマトリックスは得られるDLC材料特性に対するイオン源プロセスパラメータの効果を検査するために設計された。DLCコーティングの厚みは圧縮応力およびナノ圧痕硬度のような機械的特性の特徴付けに最適である約2700Åから7100Åの範囲であるように選択された。

#### 【0087】

これらの実験において、直径4インチのシリコンウェハと直径9.5mmの磁気ハードディスクを含む12個までの基板が真空チャンバー内側の回転可能な固定具に搭載された。磁気ディスク基板の表面は炭素コーティングが行われていない磁気記録合金であった。各基板は個々に特定の蒸着条件でコートされた。

#### 【0088】

イオン源の前面に基板がない調整位置において、イオン源プラズマはまずアルゴンガスプラズマ維持ガスのみでの操作により数分間安定化された。次いで第一基板がイオン源の前面位置に移動され、約10秒から20秒間、表面をスパッタエッチするためにアルゴンイオンビームに露出された。次いで炭化水素前駆ガスが加えられ、およびイオン源パラメータはDLCの蒸着用の望ましい設定に調節された。DLC蒸着プロセスは次いで表1および2に示される最終厚みの値を達成するために15秒から20分の間にわたり続けられた。

#### 【0089】

第一基板についてのDLC蒸着の完成後、基板を、イオンビームが残ったままかつ前駆ガスがまだ流れている、すなわちイオン源が依然としてDLCを蒸着している状態で、イオンビームの外に回転して搬出した（イオンビームは基板がイオン源の前面にある時は決して始動または停止されない、すなわち基板はそれがイオン源の前面にある時は連続してイオンビームに曝されるということに注目すべきである）。次いで前駆ガス流は遮断され、アルゴンイオンビームはイオン源プラズマを遮断することなしに再確立された。次いで次の基板がアルゴンイオンビーム中に回転されて搬入され、スパッタエッチングおよびDLC蒸着用の前記

プロセスステップが繰り返された。

#### 【0090】

1, 3ブタジエン前駆ガスおよびアセチレン前駆ガスによるDLC蒸着施行の結果がそれぞれ以下の表2に要約されている。表1および2のすべてのDLCコーティングは基板が磁気ディスクである施行#396-8(表1)を除いてシリコンウェハ基板上に蒸着された。

#### 【0091】

表1の結果は1, 3ブタジエン前駆ガスを利用する本発明のプロセスは、少なくとも毎秒47Åまでの蒸着量で、および少なくとも22.5GPaまでの硬度でDLCコーティングを蒸着することができる。表2の結果は、アセチレン前駆ガスを利用する本発明のプロセスが少なくとも毎秒35Åまでの蒸着量で、および少なくとも26.6GPaまでの硬度でDLCコーティングを蒸着することができることを示す。蒸着量は、もしイオン源と基板間の距離がさらに低減されるか、またはもより多い流量の炭化水素前駆ガスが利用されるならば、さらに大きくなるであろう(図4参照)。達成された蒸着量は磁気ディスクのコーティングを生産するのに十分であるので、より多い蒸着量については表1の試験マトリックスでは調査されなかった。

#### 【0092】

#### 【表1】

表1

Run	A(D)	A(V)	Pres.	M(D)	Bld.	HC	Conf.	Ar	Dist.	Thk.	GPlk.	Slope	Stress	Hard.	Rate
395-8*	10	58	1.43	2	40	30	OUT	23	7	304	1511	22.8	—	—	—
361-5	10	72	0.37	0.8	16	30	OUT	25	7	3215	1558	1.2	2.8	19.8	18
364-3	10	86	0.44	4	80	30	OUT	40	7	3755	1583	-0.8	3.5	22.5	21
364-5	10	97	0.43	4	80	30	OUT	35	7	3650	1578	-0.6	3.1	22.2	21
368-10	10	73	0.49	4	80	60	N	25	7	7100	1539	2.3	2.0	17.6	47
393-6	10	83	1.18	4	80	30	N	11	7	3900	1528	3.7	1.9	16.1	26
393-10	12	81	0.79	4	80	30	N	25	7	5000	1541	2.7	1.8	11.9	33
394-10	10	51	1.40	2	40	30	OUT	50	7	2700	1519	5.9	1.4	12.8	19
395-2	10	61	1.43	4	80	30	OUT	50	7	4000	1534	3.2	1.8	14.3	22

【0093】

【表2】

表2

Run	A(I)	A(V)	Pres.	M(I)	B fld.	HC	Cnf.	Ar	Dist.	Thk.	GPlk.	Slope	Stress	Hard.	Rate
402-2	10	80	0.29	2	40	40	N	15	7	3800	1546	0.15	4.6	24.6	11
404-10	5	84	1.07	5	100	40	N	15	7	3600	1532	0.86	1.8	16.7	15
411-2	8	86	1.04	6	120	40	N	15	4	4500	1547	0.7	0.8	12.5	21
414-10	8	87	0.37	6	120	40	SIDE	30	4	3500	1564	1.4	3.9	26.6	35
418-2	8	89	0.90	6	120	20	N	17	7	3900	1544	1.4	3.4	21.2	8
420-8	8	94	1.02	6	120	60	N	17	7	4100	---	---	2.6	20.1	26
424-10	8	87	1.03	10	200	40	N	55	7	4700	---	---	3.7	25.1	20
491-10	12	92	0.65	9	260	20	N	110	14	2700	---	---	4.8	25.0	2.3
496-2	12	86	0.80	9	260	30	N	140	14	3800	---	---	4.8	---	3.2
501-2	10	80	0.46	4.5	150	20	N	60	7	1800	---	---	6.1	---	6

## 【0094】

上の表1と2および下の表3、4、5および6についての注記

- A (I) =陽極電流 (アンペア)
- A (V) =陽極電圧 (ボルト)
- M (I) =電磁石電流 (アンペア)
- Pres. =チャンバー圧力 (ミリ Torr)
- B f l d. =磁界 (ガウス)

H C	=炭化水素前駆物質流量 (sccm)
A r	=アルゴンプラズマ維持ガス流量 (sccm)
C n f g.	=ノズル構成
D i s t.	=イオン源と基板間の距離
T h k.	=DLCコーティング厚み (Å)
G p k.	=ラマンGピーク位置 (波数、cm <sup>-1</sup> )
S l o p e	=ラマンルミネセンス傾斜
S t r e s s	=圧縮応力 (GPa)
H a r d.	=ナノ圧痕硬度 (GPa)
R a t e	=DLC蒸着量 (Å/秒)
*	=基板は磁気ディスクだった。

## 【0095】

## 実施例H

実施例Gにおいて利用されたものと同じイオン源がDLCコーティングを蒸着するために使用されたが、蒸着の間炭素含有蒸着フラックスが繰り返し開閉されるパルス化蒸着モードを経てであった。炭素含有蒸着フラックスは、(i)陽極電力供給源を連続的に流れるアルゴンプラズマ維持ガスおよび炭化水素前駆ガスでパルス駆動することにより、または(ii)炭化水素前駆ガス流を連続的に流れるプラズマ維持ガスおよび常に陽極電力供給源をオンにすることでパルス駆動することによるいずれかでパルス的に開閉された。

## 【0096】

表3に要約された蒸着施行はDLCコーティングの蒸着のために下記のプロセスパラメータを利用した。

- (a) 6アンペアの電磁石電流、
- (b) 120ガウスの磁界、
- (c) IN位置におけるノズル構成、
- (d) 炭化水素前駆ガスとしてのアセチレン、
- (e) 5秒間パルス的に閉路し、次いで5秒間パルス的に開路する蒸着、
- (f) 7インチの、イオン源と基板間の距離。

**【0097】**

シリコンウエハ基板上での蒸着施行のために、DLCコーティングの厚みを約3500Åから6100Åの範囲とし、圧縮応力およびナノ圧痕硬度のような機械的特性の特徴付けを可能とした。磁気ディスクウエハ上の蒸着施行における DLCコーティングの厚みは約400Åから800Åの範囲であり、それは磁気ディスク基板への DLCコーティングの良好な付着を維持しながら、DLC材料のラマン分光法特性付けの容易さのために選択された。

**【0098】**

以下の表3を参照し、ディスク基板上の施行416-8におけるDLCの材料的特性は、プロセス時間を除いて施行条件は同じであったのでシリコンウエハ基板上の施行416-6のそれらと同じであると推定される。さらにディスク基板上の施行416-12におけるDLCの材料特性は、プロセス時間を除いて施行条件は同じであったのでシリコンウエハ基板上の施行416-10のそれらと同じであると推定される。しかしながら磁気ディスク基板についての蒸着時間に対してシリコン基板上の蒸着時間が長くなつたため、ウエハ基板温度は多分より高くなり、そのことが材料特性の若干の変化に帰着するであろう、ということが指摘されている。

**【0099】****【表3】**

表3

Run	Sub	Al	AlN	Res.	HC	Ar	Thk.	GPK	Slope	Stress	Hard	Rate
413-6	Si	8,P	92	0.9	20	17	5900	1541	1.3	3.2	20.8	12
418-10	Si	8	90	0.9	20,P	17	3800	1554	1.6	3.6	22.5	8
416-6	Si	8,P	88	1.0	40	20	6100	1535	1.2	2.3	18.4	25
416-8	disk	8,P	86	1.0	40	20	759	—	—	—	—	—
416-10	Si	8	86	0.99	40,P	20	3500	1548	1.5	3.2	21.8	15
416-12	disk	8	...	0.99	40,P	20	442	—	—	—	—	—

Additional notes for Table 3:

表3に対する追加の注:

Sub = 基板のタイプ

P = パラメーターはパルス的に開閉した。

## 【0100】

表3に表された結果によって示されるように、蒸着フラックスをパルス化する両方法は硬度および高蒸着量のような顕著な特性を備えるDLCコーティングを生成することが発見された。一般的にディスクコーティング用パルス化蒸着モードのイオン源の操作のための最も簡単な方法は炭化水素前駆ガスをパルス化することによるが、しかしながら陽極（プラズマ）電力供給源をパルス化することによっても可能である。本発明のイオン源は、特に真空チャンバー圧力が約0.8ミリ Torr またはそれより大きい範囲にある時、パルス化前駆ガスモードでの放電条件の変化が最小限の非常に安定したモードで操作することが見出された。前駆ガスをパルス化することはまた、プラズマ電力供給源をパルス化するよりもより硬いDLCコーティングを生成する傾向がある。一般的に実施例Gおよび実

施例Hに記述された蒸着方法について、パルス化陽極電流方法によって生成されたDLC硬度は連続操作によって得られるものよりもいくらか低く、かつパルス化前駆ガス方法によって生成されたDLC硬度は連続操作によって得られるものよりも幾らか高い、ということが見出された。参考までに表2の施行418-2と表3の施行418-6および418-10を参照のこと。

#### 【0101】

##### 実施例I

約50Åから70Åの範囲の厚みのDLCコーティングが、イオン源と実施例Gの基板取り付け構成を利用してパスバイ蒸着モードで直径95mmの磁気ハードディスク上に蒸着された。基板は、処理が標準マグнетロンスパッタ炭素上塗りを適用する前に遮断されることを除いて、商業用ハードディスクを製作するために使用される標準の製造プロセスによって準備された。

#### 【0102】

多重磁気ディスクが回転固定具の上に取り付けられ、下記の処置を経てパスバイモードにおいてDLCでコートされた。イオン源の前面に基板がない調整位置において、イオン源プラズマおよびイオンビームはまずアルゴンガスプラズマ維持ガスのみでの操作により安定化された。次いで固定具の回転が開始され、ディスクはイオン源を通過して連続的に移動された。いったん各ディスクが残留する表面の汚染物質を除去して表面を活性化させるためのスパッタエッチングプロセスを完成させるために所定の回数イオン源を通り過ぎると、ディスク基板を含まない調整位置がイオン源の上方にあるように、回転は停止される。次いで炭化水素前駆ガスがイオン源内に導入され、そしてイオン源パラメータが安定化される。いったんイオン源パラメータが安定化すると、基板固定具の回転は再開され、ディスク基板は DLCコーティングを受ける。望ましいDLC厚は、所定回数の旋回分だけイオン源を通り過ぎて基板を回転させることにより得られる。

#### 【0103】

以下の表4に要約されたDLC蒸着施行は炭化水素前駆ガスとして1, 3ブタジエンを利用した。イオン源とディスク基板間の距離は7インチであった。

#### 【0104】

DLCコーティングの適用後、ディスクは艶出しとラビングの標準蒸着後処置ステップを受けた。選択されたディスクは本発明のこれらの超薄型DLCコーティングの性能を検証するために試験された。以下の表4に要約された施行のそれぞれでコートされたディスクは、すべて周囲条件での20,000回CSS、並びに上昇された温度例えば55°Cおよび低湿度例えば5%の苛酷な条件下で10,000回CSSをパスし、顕著な性能を示した。本発明のプロセスによる約50Åから70ÅのDLCによってコートされたこれらのディスクの性能は、マグネットロンスパッタ炭素上塗りで得られるものに対して非常に優れていた。またこれらのDLCコーティングの厚みの不均一性は±5%かそれより良好であったが、これは大変優れており、磁気ハードディスク上の保護上塗り用基準に合致しましたはそれを超えている。

#### 【0105】

#### 【表4】

表4

<u>Run</u>	<u>A(I)</u>	<u>A(V)</u>	<u>Pres.</u>	<u>M(I)</u>	<u>B fld.</u>	<u>HC</u>	<u>Cnfg.</u>	<u>Ar</u>	<u>Thk.</u>	<u>Unif.</u>
356	10	64	0.50	3	60	30	OUT	50	49	3.7
357	10	71	0.51	4	80	30	OUT	50	58	5.6
358	10	57	0.52	2	40	30	OUT	50	48	2.9
359	10	56	0.51	2	40	30	OUT	50	52	4.3
379	10	58	0.50	2	40	30	OUT	50	52	3
380	10	58	0.50	2	40	30	OUT	50	66	3
382	10	83	0.38	4	80	30	IN	25	47	5
383	10	84	0.38	4	80	30	IN	25	68	5
385	10	75	—	4	80	60	IN	25	51	5
386	10	74	0.50	4	80	60	IN	25	71	4
389	7	80	0.37	4	80	30	IN	25	47	5
390	7	80	0.36	4	80	80	IN	30	66	5

表4に対する追加の注:

Unif.: =基板の外径と、外径から2インチ半径方向内側との  
間の基板表面の区域を横切る厚みの不均一性(±%)。  
報告された値はシリコンウェーファの調整施行で測定された。

## 【0106】

## 実施例J

約50Åから70Åの範囲の厚みのDLCコーティングが、実施例Iに記述された直径95mmの磁気ハードディスク上に蒸着されたが、蒸着はパルス化静止モードで行われた。

## 【0107】

各施行において固定具上に搭載された多数に重なったディスクがあったが、各施行中の各ディスクはパルス化モードで順次コートされた。パルス化モードの二

つの異なるプロセスが試験された。

### 【0108】

第一パルス化モードプロセスにおいて（以下の表5の施行426、428、431、433参照）、DLC蒸着は、イオン源がアルゴンプラズマ維持ガスと共に動作している状態のまま、前駆ガス流をパルス化することによってのみ駆動および停止された。イオン源の前面に基板がない調整位置において、イオン源プラズマおよびイオンビームはまずアルゴンガスプラズマ維持ガスのみでの操作により安定化された。次いでディスク基板がイオン源の前面の位置に回転された。次に炭化水素前駆ガスがパルス化され、50Åから70Å間の目標厚みでDLCコーティングを蒸着するのに十分な時間だけその状態にされた。この蒸着時間の完了後、前駆ガス流は遮断された。次いでディスクはイオン源から離れた位置に移動された。上記と同じプロセスが他の基板上に継続された。

### 【0109】

第二パルス化モードプロセスにおいて（以下の表5の施行427、429、432、434参照）、DLC蒸着は、イオン源がアルゴンプラズマ維持ガスと共に動作している状態のまま、前駆ガス流をパルス化することによってのみ駆動されたが、蒸着はイオン源プラズマを消すために陽極電力供給源を遮断することにより停止された。イオン源の前面に基板がない調整位置において、イオン源プラズマおよびイオンビームはまずアルゴンガスプラズマ維持ガスのみでの操作により安定化された。次いでディスク基板がイオン源の前面の位置に回転された。次に炭化水素前駆ガスがパルス化され、50Åから70Å間の目標厚みでDLCコーティングを蒸着するのに十分な時間だけその状態にされた。この蒸着時間の完了後、陽極電力供給源はイオン源プラズマとイオンビームを消すために遮断された。次いでディスクはイオン源から離れた位置に移動された。イオン源は上記のようにアルゴンプラズマ維持ガス上で再駆動され、かつプロセスが他の基板上に継続された。

### 【0110】

以下の表5に要約されたDLC蒸着施行は炭化水素前駆ガスとして1, 3ブタジエンを利用した。イオン源とディスク基板間の距離は7インチであった。

## 【0111】

DLCコーティングの適用後、ディスクは艶出しとラビングの標準蒸着後処置ステップを受けた。表5に要約された施行のそれぞれでコートされたディスクは、周囲条件での20,000回CSS、並びにより高い温度および低湿度という苛酷な条件下で10,000回CSSをパスし、顕著な性能を示した。実施例Iにおけると同様に、本発明のプロセスによる約50Åから70ÅのDLCのよってコートされたこれらのディスクの性能は、同様な厚みのマグネットロンスパッタ炭素上塗りで得られるものに対して非常に優れている、ということが見出された。

## 【0112】

【表5】

表5

<u>Run</u>	<u>Mode</u>	<u>A(I)</u>	<u>A(V)</u>	<u>M(I)</u>	<u>B fld.</u>	<u>Gas</u>	<u>HC</u>	<u>Cnfg.</u>	<u>Ar</u>	<u>Thk.</u>
426	PG	5	82	5	100	A	40	IN	15	58
427	Cur	5	81	5	100	A	40	IN	15	47
428	PG	8	87	6	120	A	40	IN	20	64
429	Cur	8	84	6	120	A	40	IN	20	54
431	PG	7	66	4	80	B	30	IN	25	65
432	Cur	7	67	4	80	B	30	IN	25	53
433	PG	8	83	6	120	B	30	IN	25	67
434	Cur	8	83	6	120	B	30	IN	25	59

## 【0113】

表5に対する追加の注記

o d e = パルス化の方法

u r = パルス化陽極電流モード

G = パルス化前駆ガスモード

a s = 炭化水素前駆ガス

=アセチレン

=1, 3ブタジエン

### 【0114】

#### 実施例K

実施例Gに利用されたイオン源と同様の閉鎖ドリフトホール電流イオン源がIntevac MDP-250B生産磁気ディスクコーティングシステムにおける全自動製造プロセスを使用して磁気ディスク上の保護層としてDLCコーティングを蒸着するために使用された。イオン源は図2に示されるようにフランジ搭載された。標準構成において、Intevac MDP-250Bシステムは、磁気ディスクが機械を通過しながら磁気ディスク上に保護層としてマグнетロンスパッタ炭素上塗りを蒸着するために、三つの分離チャンバーステーションを利用した。各ステーションは各磁気ディスクの両面を同時にコートするように構成された二つの対抗マグネットロン陰極を収納した。マグネットロンスパッタ炭素の低蒸着量により、三つのスパッタ蒸着ステーションは機械の高処理量要求を満足するために必要であった。

### 【0115】

マグネットロンスパッタリング源と関連支援設備は、機械上の三つのステーションから取り去った。一つのステーションにおいて、本発明の二つのフランジ搭載ホール電流イオン源がマグネットロンスパッタリング源の代わりに搭載され、図3のような構成となり、その結果ディスクの両側面がイオンビームDLCで同時にコートされた。このステーションはまた20001/秒のターボポンプによってポンピングする追加ポートを加えるように変更された。

### 【0116】

全ディスクコーティングプロセスは下記を含んでいた。すなわち、

- ロードロックを通して12プロセスステーションの第一番目に順次入るディスクのカセットを装填すること、
- ディスクが加熱されるステーションへのディスクの移動、
- 金属シード層がマグネットロンスパッタリングによって蒸着されるステーションへのディスクの移動、

- d) 磁気記憶層がマグнетロンスパッタリングによって蒸着されるステーションへのディスクの移動、
- e) イオンビームDLCが本発明のプロセスを使用して蒸着されるステーションへのディスクの移動、
- f) カセット装填への別のロードロックを通して出口ステーションへのディスクの移動。

#### 【0117】

イオンビームDLCプロセスの間、アルゴンプラズマ維持ガスは、全プロセスサイクルの間、イオン源を通して連続的に流され、この全プロセスサイクルは（1）先のステーションからDLCコーティングステーションへのディスク移送、（2）DLC蒸着、および（3）DLCステーションを出て次のステーションへのディスク移送を含んでいた。ディスクがディスク蒸着ステーション置かれ、およびDLCステーションが残りのステーションから離隔される時、DLC蒸着は望ましいDLCコーティング厚みを達成するために、所定時間イオン源の前面のノズルを通してC<sub>2</sub>H<sub>2</sub>ガスを流すことによって実施できた。アルゴンプラズマ維持ガスがまた若干低下された時の僅かのケースを除いて、C<sub>2</sub>H<sub>2</sub>が導入された時他のイオン源パラメータへの調整は為されなかった。このプロセスは実施例Jに記述されたように、“第一パルス化モードプロセス”と本質的に等価なものである。

#### 【0118】

DLCコーティングは各イオン源について、下記の条件を使用するCSS試験用ディスク上に蒸着された。すなわち、

- a) 8アンペアの陽極電流、
- b) 2から6アンペアの電磁石電流、
- c) 40から120ガウスの磁界、
- d) 30から40sccmのアセチレン前駆物質流量、
- e) 7から25sccmのアルゴンプラズマ維持ガス流量、
- f) 1.1から1.7ミリTorrの蒸着の間のチャンバー圧力、
- g) 10から21Å/秒のDLC蒸着量。

**【0119】**

これらの範囲の限界および範囲内にある八つの異なる条件下で作られた 50 Å イオンビーム DLC でコートされた磁気ディスクは、それぞれ周囲条件での 20,000 回 CSS、並びに上昇された温度例えば 55°C および低湿度例えば 5% の苛酷な条件下で 10,000 回 CSS をパスし、顕著な性能を示した。

**【0120】**

この方法で作られた DLC コーティングの硬度を測定するために、4000 Å 厚 DLC コーティングが、DLC コーティングに先行して加熱および金属層プロセスが実行されなかった点を除いて、磁気ディスクについて使用されたものと同様のプロセスでシリコン基板上に蒸着された。DLC コーティングは各ソースについて下記の条件を使用して蒸着された。すなわち、

- a) 2 から 15 アンペアの陽極電流、
- b) 2 から 8.5 アンペアの電磁石電流、
- c) 45 から 250 ガウスの磁界、
- d) 15 から 45 sccm のアセチレン前駆ガス流量、
- e) 12 から 63 sccm のアルゴンプラズマ維持ガス流量、
- f) 1.6 から 4.1 ミリ Torr の蒸着の間のチャンバー圧力

得られた DLC 膜のナノ圧痕硬度は 11 から 17 GPa の範囲であった。

**【0121】****実施例 L**

実施例 A に使用されたものと同じホール電流イオン源がアルゴンおよびアセチレンガスと共にイオン源を操作することにより DLC コーティングを蒸着するために使用された。しかしながらこの実施例において、イオン源の陽極と電磁石は別々の DC 電力供給源によって電力供給された。蒸着条件およびその結果は表 6 に提出されている。表 6 に要約された DLC 蒸着施行は炭化水素前駆ガスとしてのアセチレン、および IN 位置でのノズル構成を使用して、すべてシリコンウエハ基板上で実行された。

**【0122】**

以下の表 6 の結果は、イオン源の陽極用と電磁石用に別々の DC 電力供給源を

利用する本発明の工程は少なくとも毎秒23Åまでの蒸着量で、硬度は少なくとも29.8GPaまで、および圧縮応力は少なくとも6.2GPaまでのDLCコーティングを蒸着できると示している。蒸着量は、イオン源と基板間の距離が7インチ未満に減少されるならば、またはより多い流量の炭化水素前駆ガスが利用されるならば、さらに大きくなるであろう（図4参照）。

## 【0123】

【表6】

表6

Run	A(D)	A(V)	Pres.	M(D)	B(fld.)	HC	Ar	Dist.	Thk.	Stress	Hard.	Rate
497-2	12	85	0.84	6	300	20	150	14	4190	5.1	—	2.3
497-10	12	90	1.05	9	400	20	200	14	4185	4.9	—	2.3
501-6	10	80	0.74	4.5	240	20	120	7	3000	6.2	28.6	10
502-2	10	85	0.76	6	300	20	130	7	3800	2.6	7.7	12.7
502-6	10	86	0.93	7.5	360	20	170	7	3000	1.9	8.0	10
502-10	10	86	1.07	9	400	20	200	7	3750	2.0	9.8	12.5
503-2	10	85	0.38	1.5	85	20	50	7	1875	5.5	—	6.3
503-6	10	84	0.52	3	170	20	80	7	2400	6.1	—	8
503-10	10	83	0.71	4.5	240	20	116	7	3100	4.5	17.2	10.3
504-2	10	87	0.73	6	300	30	120	7	5150	2.5	—	17.2

## 【0124】

【表7】

表6(続き)

504-6	10	86	0.96	7.5	360	30	170	7	5300	2.7	—	17.7
504-10	10	85	1.14	9	400	30	210	7	5600	2.3	—	18.7
505-2	10	87	0.44	3	170	10	60	7	900	5.7	—	3
505-6	10	86	0.80	6	300	10	130	7	2600	1	—	8.7
505-10	10	85	1.15	9	400	10	200	7	3300	0.86	—	11
506-2	10	87	0.49	3	170	40	65	7	4500	4.8	29.8	18.8
506-6	10	87	0.79	6	300	40	130	7	5300	5.3	28.3	22.1
506-10	10	87	1.10	9	400	40	200	7	5550	4.8	25.5	23.1

## 【0125】

## 実施例M

Mahoney他の審査中の米国特許出願No. 08/901, 036の図4Aと同様な直線陽極構成を持つ非閉鎖ドリフトホール電流イオン源がDLCコーティングを蒸着するために使用された。陽極は長さ約30インチで陽極チャネルは深さ約0.5インチおよび幅0.5インチであった。60サイクルのAC電流で操作される28個の電磁石コイルが陽極の両側に沿って伸長する二つの磁極間に陽極を横切る磁界を誘起するために使用された。陽極チャネルの端部は絶縁材料で封じられた。アルゴンプラズマ維持ガスがイオン源の後方から供給され、かつ陽極の中心線に沿って陰の陽極間隙を通して出て来る。陽極の端部付近に搭載

された二つの中空陰極電子源がプラズマを維持するよう電子を供給するために使用された。DLC蒸着用に、アセチレン前駆ガスが陽極チャネルの長さに沿って搭載された4個のノズルを経てイオンビーム中に導入された。各ノズルは前駆ガスの流れを陽極の長い寸法に略垂直なイオンビームを横切って導いた。ノズルは略7インチ離して搭載され、およびイオン源の面の下流略0.25インチの所に置かれた。

#### 【0126】

イオン源の長い寸法は垂直の向きに搭載され、およびイオンビームは4個の直径4インチのシリコンウエハ基板で水平方向に導かれた。基板はイオン源の前面から下流約7インチの所にイオン源面に平行に置かれた。各基板ウエハは陽極チャネルの中心の前方に直接、および4個の炭化水素ノズルのうちの一つの前方に直接整列した。

#### 【0127】

基板を真空チャンバーに搭載した後チャンバーは $1 \times 10^{-5}$  Torr未満の圧力に排気された。イオン源プラズマはアルゴンで始動され、そして安定させられた。次いでDLC蒸着が10sccmのアセチレン前駆ガスを各ノズルを通して流すことにより始動された。

#### 【0128】

DLCコーティングは以下の条件を使用して施行#1014Lにおいて基板上に蒸着された。すなわち、100と111ボルト間の陽極電圧、40アンペアの陽極電流、28個の電磁石の各々を通る4アンペアの電磁石電流で略150ガウスの磁界、140sccmのアルゴンプラズマ前駆ガス流量で40sccmの全アセチレン前駆ガス流量、略1.6mTorrの蒸着中のチャンバー圧力、4分間の蒸着時間。蒸着の完成時真空チャンバーは出口を開けられ、DLCコートされた基板が得られた。

#### 【0129】

DLCコーティングの最大厚みは、略毎秒7Åの蒸着量に対応して1645Åであった。コーティング圧縮応力は約3と3.8GPaの間であった。膜は正確なナノ圧痕硬度測定を得るには薄すぎたが、本発明のホール電流イオン源による

アセチレン前駆ガスから蒸着された他のDLC膜についての圧縮応力と硬度間の既知の相互関係に基づいてコーティング硬度は約19から23GPaの範囲であると期待された。

#### 【0130】

この実施例は直線陽極構成を持つ本発明の非閉鎖ドリフトホール電流イオン源が高蒸着量において高硬度を持つ DLC コーティングを蒸着できることを論証した。

#### 【0131】

他の方法条件、例えばより高い前駆ガス流量、異なるノズル幾何学的形状、より低い陽極電圧を使用して、ただしアセチレン前駆ガスで操作される同じイオン源で、5GPa未満の期待硬度で0.12GPa程の圧縮応力を持つ柔らかいDLCコーティングが蒸着されることが見出された。

#### 【0132】

#### 実施例N

#### 【0133】

DLCコーティングは、アルゴンプラズマ維持ガスとアセチレン前駆ガスの両方が陰の陽極間隙を通して共に直接プラズマ放電中に導入された点を除いて、実施例Mの直線陽極、非閉鎖ドリフトホール電流イオン源を使用してイオンビーム蒸着された。直径4インチのシリコンウエハ基板はイオン源の前面から下流約7インチの所にイオン源の面に平行して置かれた。

#### 【0134】

施行#1097Lおよび#1102-1107Lにおいて、DLCコーティングは以下の条件を使用して蒸着された。すなわち、93と103ボルト間の陽極電圧、36から40アンペアの範囲の陽極電流、28個の電磁石の各々を通る4から8アンペアの電磁石電流、略150から300ガウスの磁界、180から200sccmのアルゴンプラズマ前駆ガス流量、50から60sccmのアセチレン前駆ガス流量、略1.8から1.9mTorrの蒸着間のチャンバー圧力。

#### 【0135】

得られたDLCコーティングは、略毎秒3から9Åの範囲の蒸着量に対応して

1980から5200Åの範囲の厚みを持った。コーティングの圧縮応力は約1から3.8GPaの範囲であり、およびコーティングのナノ圧痕硬度は約13から22GPaの範囲であった。

#### 【0136】

施行#1120Lにおいて、蒸着条件は同様であったが、イオン源と基板間の距離が7インチから6インチに低減された。蒸着されたDLCコーティングの圧縮応力は4.5GPaで予期硬度は約25GPaであった。

#### 【0137】

この実施例は直線陽極構成を持つ本発明の非閉鎖ドリフトホール電流イオン源は、陰の陽極間隙を通してプラズマ放電中へ直接前駆ガスを導入することにより高硬度と高蒸着量を持つDLCコーティングを蒸着できた。

#### 【0138】

上記実施例A-Nは本発明のホール電流イオン源を使用して非常に硬い(10GPaより硬い) DLCおよびSi-DLCコーティングの予期せざる高蒸着量(一般的に毎秒10Åよりも多い)を論証する。先行技術は、このような高硬度材料は蒸着されるC電子当たり100eVを放出するイオンビーム蒸着システムが必要であることを示唆している。実施例として、M. Weiler他によれば、150から250eVの平均イオンビームエネルギーを持つイオン・ビームが、低圧力プラズマ状態では主にC<sub>2</sub>H<sub>x</sub>+イオンを形成するアセチレンから非常に硬いDLCコーティングを蒸着するために必要とされるであろう、と人々は期待していた。しかしながら上記の実施例は、高硬度DLCおよびSi-DLCコーティングがC電子当たり100eVの基準よりも実質的に低い平均的時間平均エネルギーで、本発明のプロセスによって形成された高密度イオンビームにより形成できることを示す。

#### 【0139】

上記の実施例はまた、先行技術のグリッドレスホール電流イオン源および関連する教示からは推論できない仕方で、高蒸着量で非常に硬いDLCコーティングを蒸着する特有のホール電流イオン源装置の能力を示す。高蒸着量および高コーティング硬度の特性は、本発明のプロセスを、以下を含む主要工業適用分野につ

いての薄いDLCおよびSi-DLCコーティング生産用に理想的なものとする。すなわち、磁気ハードディスクのようなデータ記憶または記録媒体、フロッピー（登録商標）ディスクおよび磁気テープ、磁気抵抗摺動子および磁気テープのような磁気記録に使用される磁気トランジューサ、相変化媒体を利用する光データ記憶ディスク、包装用防護コーティングの生産、薬事的および化学的応用、反射防止、フィルターおよび帯域通過用光学的コーティング、並びに、金属、セラミック、ガラス、プラスチックおよびそれらの組合せより成る色々な基板用の耐摩耗性、耐食性、および耐擦傷性保護コーティング。

#### 【0140】

本発明の範囲から逸脱することなしに当該技術に習熟した人々は、本発明を色々な用途と条件に適応させるために本発明に色々な変更および修正をなし得る。このような変更および修正は適切に、公正に下記の特許請求の範囲の均等なものの全範囲にあり、かつそのように解釈される。

#### 【図面の簡単な説明】

【図1】 真空フランジ取り付けのために考案された自己持続陰極を含むホール電流イオン源の実施例を示す概略断面図。

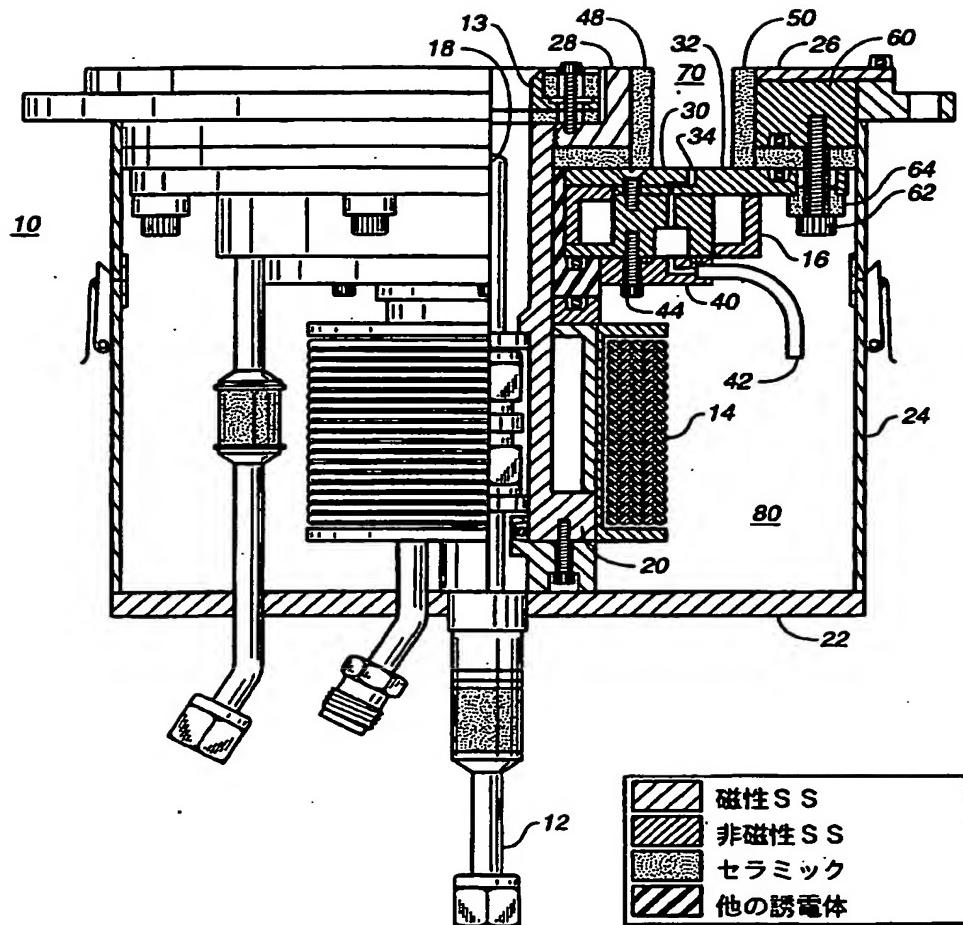
【図2】 ホール電流イオン源がDLCおよびSi-DLCコーティングを基板の表面上に蒸着するのに使用される本発明の適用を概略的に示す図。

【図3】 2つのホール電流イオン源がDLCおよびSi-DLCコーティングを基板の前部と背部上に蒸着するのに使用される本発明の適用を概略的に示す図。

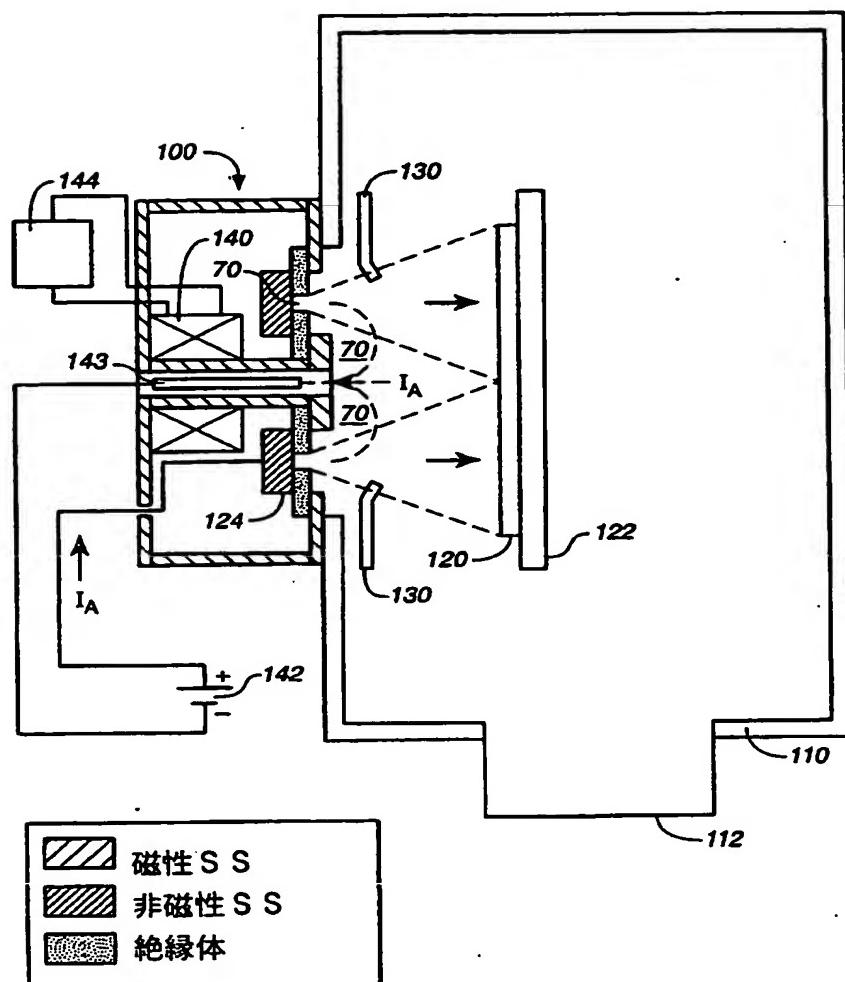
【図4】 本発明の工程によって蒸着されたDLCコーティングのための2つの陽極電流における蒸着量対アセチレン前駆ガス流量をプロットした図。

【図5】 本発明の工程によって蒸着されたDLCコーティングのための2つの陽極電流におけるナノ押し込みかたさ対アセチレン前駆ガス流量をプロットした図。

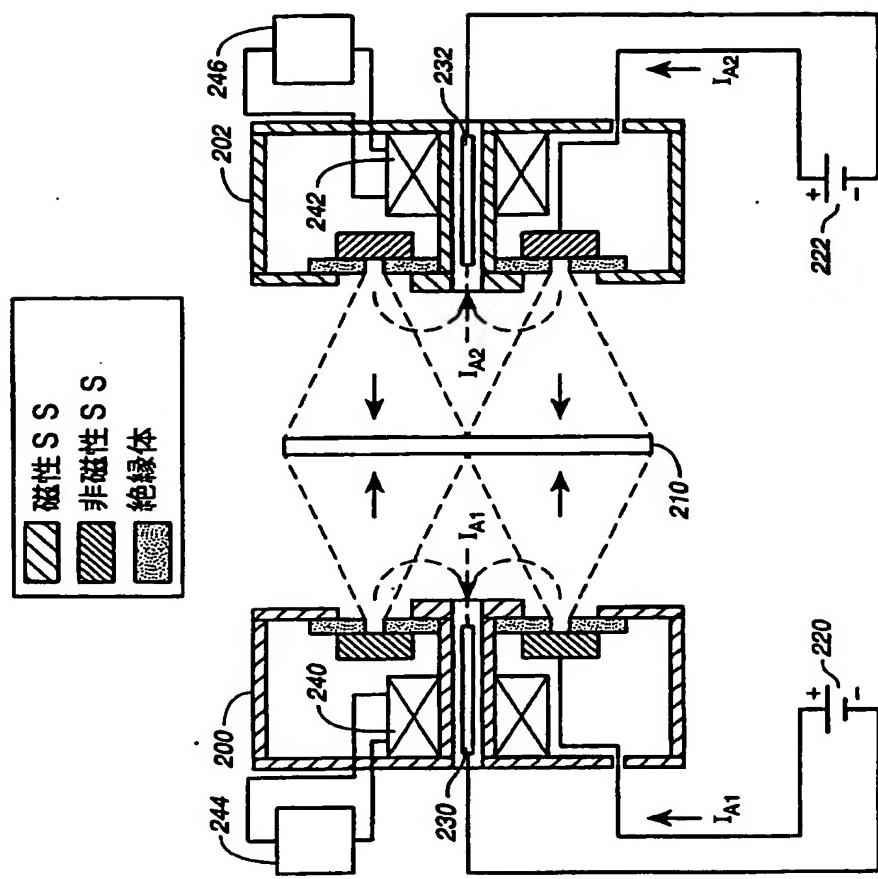
【図1】



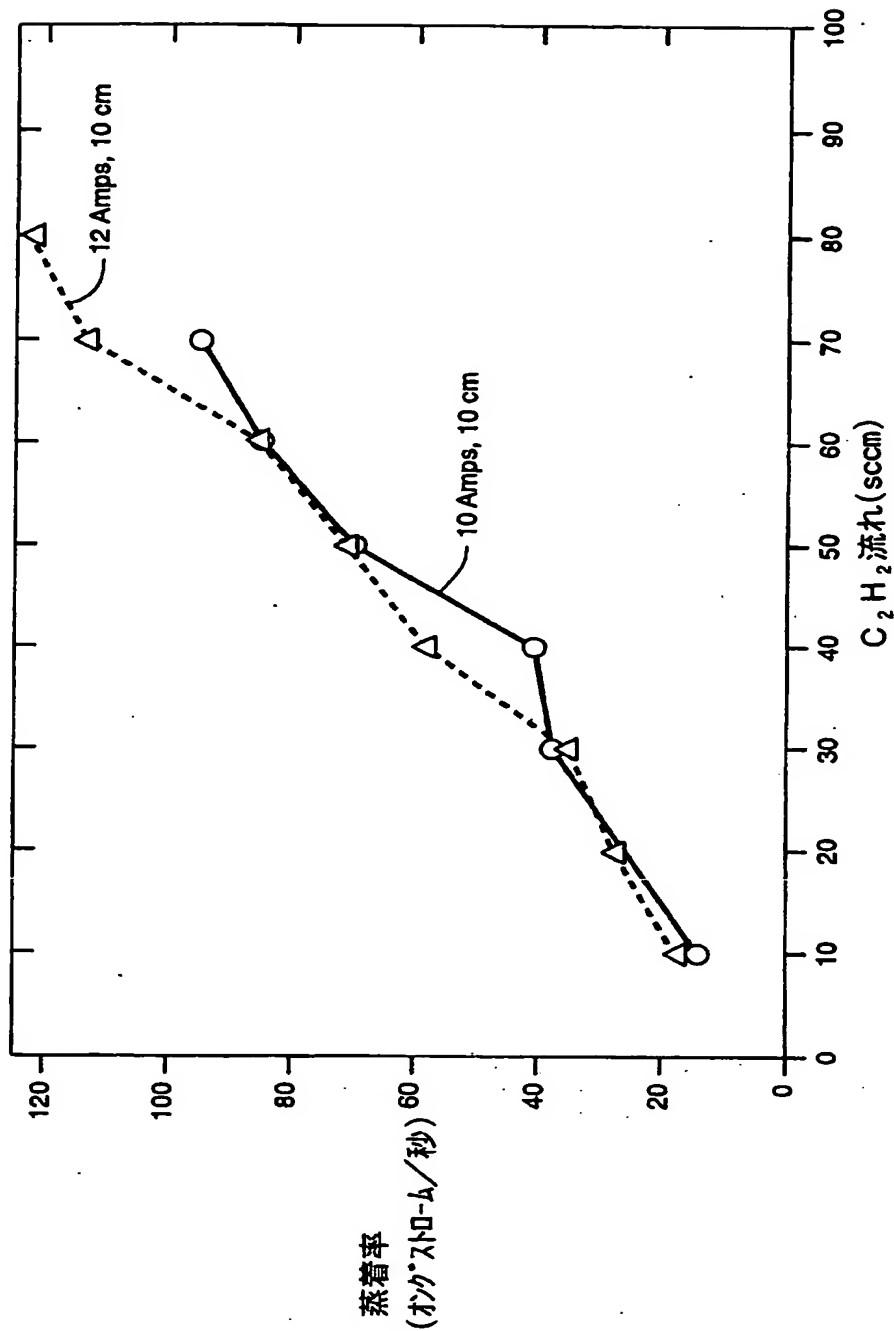
【図2】



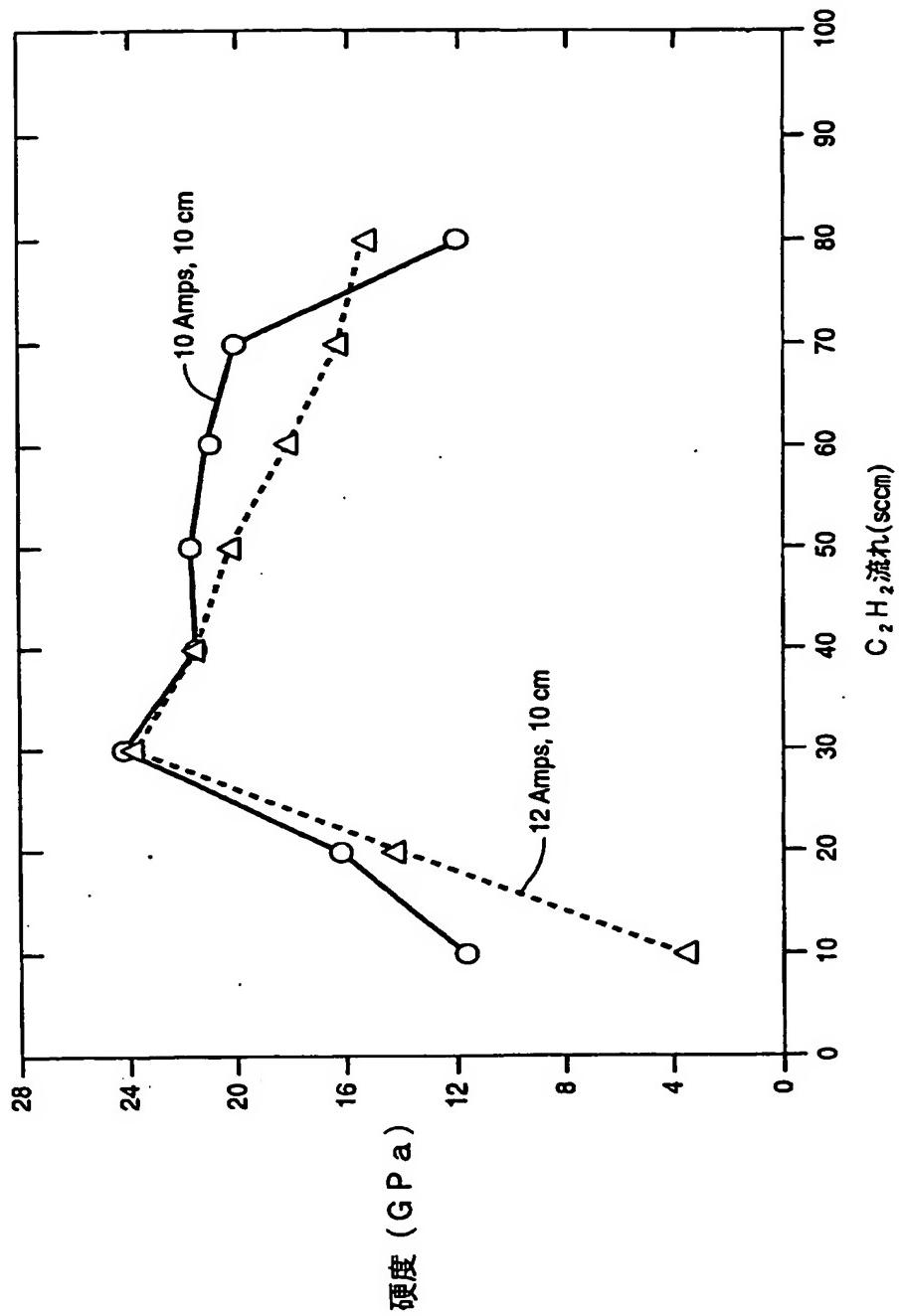
【図3】



【図4】



【図5】



**【手続補正書】****【提出日】**平成13年8月22日(2001.8.22)**【手続補正1】****【補正対象書類名】**明細書**【補正対象項目名】**特許請求の範囲**【補正方法】**変更**【補正の内容】****【特許請求の範囲】**

**【請求項1】** ホール電流イオン源を使用して基板の表面にダイヤモンド状炭素(DLC)コーティングを、蒸着する方法において、

(a) 前記基板を、ホール電流イオン源を含み、かつ前記チャンバーから空気を排氣する蒸着真空チャンバー内に搭載するステップと；

(b) 不活性ガスを前記ホール電流イオン源の少なくとも一つの自己持続性陰極電子源に供給し、かつ前記ホール電流イオン源の陽極に電子の供給のために前記陰極電子源を励起するステップであって、前記陽極は、該陽極の後方の前記ホール電流イオン源の内部にプラズマの移行を形成することを禁止するように前記真空チャンバーから電気的に絶縁されているステップと；

(c) 前記陽極の間隙を通して前記真空チャンバー内部の陽極放電領域へプラズマ維持ガスを導入し、かつ前記陽極と前記電子源との間に陽極放電電流を流れさせる電圧を印加するステップであって、電磁手段によって確立された磁界は、前記陽極放電領域を横切って形成され、電子はプラズマ維持ガスをイオン化して前記陽極放電領域をくまなく通してガスイオンのプラズマビームを形成するステップと；

(d) 前記陽極を放射状熱放出による以外の冷却手段によって熱的に冷却しながら、前記プラズマビームを使用して炭素含有前駆ガスからDLCの層をプラズマイオンビーム蒸着するステップと；

(e) 真空チャンバー圧力を大気圧力に増加するステップと；

(f) DLCコート基板製品を回収するステップとを含む、  
ダイヤモンド状炭素(DLC)コーティング蒸着方法。

【請求項2】 前記DLC層が毎秒5Åよりも大きい速度で蒸着される、請求項1に記載の方法。

【請求項3】 前記DLC層が毎秒10Åよりも大きい速度で蒸着される、請求項1に記載の方法。

【請求項4】 前記DLC層が毎秒10Åよりも速い速度で、かつ10GPaよりも大きいナノ圧痕硬度で蒸着される、請求項1に記載の方法。

【請求項5】 前記陽極と前記陰極電子源との間に流れる陽極放電電流が、少なくとも部分的に前記電磁石手段を駆動する、請求項1に記載の方法。

【請求項6】 少なくとも部分的に前記電磁石手段を駆動し、かつ前記電磁石手段の磁界の磁束線の方向を周期的に反転する交流回路手段を含む、請求項1に記載の方法。

【請求項7】 前記電磁石手段によって確立された前記磁界の磁束線の方向が、前記陽極放電領域の第二端部の前記陽極表面に実質的に平行である、請求項1に記載の方法。

【請求項8】 前記電磁石手段によって確立された前記磁界の磁束線の方向が、前記陽極放電領域を出るプラズマビームの方向と実質的に同じ方向に発散する、請求項1に記載の方法。

【請求項9】 前記プラズマ維持ガスが、アルゴン、ネオン、クリプトン、キセノン、およびその混合物からなる群から選択される不活性ガスである、請求項1に記載の方法。

【請求項10】 前記陰極電子源が、前記陽極放電領域に対して軸対称に配置される、請求項1に記載の方法。

【請求項11】 前記冷却手段が、前記陽極を冷却流体と直接接触させる注入手段を有する、請求項1に記載の方法。

【請求項12】 前記プラズマ維持ガスが、前記陽極中の前記間隙を通して注入手段から前記陽極放電領域中へ実質的に均一に配分され、その結果得られる陽極放電電流が前記間隙の近傍に実質的に均一に配分される、請求項1に記載の方法。

【請求項13】 前記陽極内部の前記間隙の寸法が、少なくとも前記陽極の

前記間隙の付近に形成された局部プラズマの特性的Debye長よりも大きく、かつ前記間隙の形状が、前記陽極放電電流が前記陽極放電領域中に入る前記プラズマ維持ガスの局部領域付近の間隙内の前記陽極で実質的に維持されるように、前記間隙内の前記陽極上へのコーティングの視程蒸着を実質的に制限するために構成される。

基板上に蒸着材料を蒸着する請求項1に記載の方法。

【請求項14】 電力供給源が、前記電子源へ約500から約1000ボルトを提供するために使用される、請求項1に記載の方法。

【請求項15】 前記炭素含有前駆ガスが、メタン、エタン、エチレン、ブタン、ブタジエン、アセチレン、ヘキサン、シクロヘキサン、およびその混合物からなる群から選択される、請求項1に記載の方法。

【請求項16】 前記炭素含有前駆ガスがまた、ヘリウム、アルゴン、ネオン、クリプトン、キセノン、およびその混合物からなる群から選択される不活性ガスを含む、請求項15に記載の方法。

【請求項17】 前記炭素含有前駆ガスがまた、水素、窒素、窒素含有化合物、フッ素含有化合物、およびその混合物からなる群から選択される反応性ガスを含む、請求項16に記載の方法。

【請求項18】 前記DLC層が、毎秒約5から約200Åの範囲の速度で、かつ約10GPaから約40GPaの範囲のナノ圧痕硬度で蒸着される、請求項2に記載の方法。

【請求項19】 前記基板が、金属、半導体、セラミック、ガラス、ポリマー、およびその混合物からなる群から選択される、請求項1に記載の方法。

【請求項20】 配分手段が、前記プラズマビーム中に、かつ前記間隙を通して前記プラズマ維持ガスを導入する前記注入手段のそれから分離して、前記前駆ガスを直接導入するために前記ハウジング中に含まれる、請求項12に記載の方法。

【請求項21】 前記配分手段が、前記前駆ガスを前記陽極放電領域の内部へ導くために一つの端部に一つのノズルを持つ少なくとも一つの管を有する、請求項20に記載の方法。

【請求項22】 前記配分手段が、蒸着ガスを前記陽極放電領域の内部へ導くために少なくとも一つの配分リングを有する、請求項20に記載の方法。

【請求項23】 前記配分手段が、前記前駆ガスを前記陽極放電領域の外側へ導くために一つの端部に一つのノズルを持つ少なくとも一つの管を有する、請求項20に記載の方法。

【請求項24】 前記配分手段が、前記前駆ガスを前記陽極放電領域の外側へ導くために少なくとも一つの配分リングを有する、請求項20に記載の方法。

【請求項25】 前記炭素含有前駆ガスの流れが、前記プラズマイオンビーム蒸着の間にパルス化され、かつ前記プラズマ維持ガスが前記間隙を通して連続的に導入される、請求項1に記載の方法。

【請求項26】 前記炭素含有前駆ガスが、プラズマイオンビーム蒸着の間に連続的に導入され、かつ前記陽極放電電流はパルス化される、請求項1に記載の方法。

【請求項27】 前記基板が、データ記録媒体を含む、請求項1に記載の方法。

【請求項28】 前記基板が、磁気記録媒体と共に使用される磁気トランスデューサである、請求項1に記載の方法。

【請求項29】 前記基板が、該基板の両側が前記DLC層によって同時にコートされるように前記蒸着真空チャンバーに搭載される、請求項1に記載の方法。

【請求項30】 電圧が別のDC電力供給源によって前記陽極および前記電磁石手段に印加される、請求項1に記載の方法。

【請求項31】 ホール電流イオン源を使用して基板の表面にシリコンドープされたダイヤモンド状炭素(Si-DLC)コーティングを蒸着する方法において、

(a) 前記基板を、ホール電流イオン源を含み、かつ前記チャンバーから空気を排氣する蒸着真空チャンバー内に搭載するステップと；

(b) 不活性ガスを、前記ホール電流イオン源の自己持続性陰極電子源に供給し、かつ前記ホール電流イオン源の陽極に電子の供給を行うために前記陰極電子

源を励起するステップであって、前記陽極は、前記陽極の後方の前記ホール電流イオン源の内部の中にプラズマの移行を形成することを禁止するように前記真空チャンバーから電気的に絶縁されているステップと；

(c) 前記陽極の間隙を通して前記真空チャンバー内部の陽極放電領域へプラズマ維持ガスを導入し、かつ前記陽極と前記電子源との間に陽極放電電流を流れさせる電圧を印加するステップであって、電磁手段によって確立された磁界は前記陽極放電領域を横切って形成され、電子は、プラズマ維持ガスをイオン化して前記陽極放電領域をくまなく通してガスイオンのプラズマビームを形成するステップと；

(d) 前記陽極を放射状熱放出による以外の冷却手段によって熱的に冷却しながら、前記プラズマビームを使用して、炭素含有前駆ガスおよびシリコン含有前駆ガスからSi-DLCの層をプラズマイオンビーム蒸着するステップと；

(e) 真空チャンバー圧力を大気圧力に増加するステップと；

(f) Si-DLCコート基板製品を取り戻すステップとを含む、

シリコンドープされたダイヤモンド状炭素(Si-DLC)コーティング蒸着方法。

【請求項32】 前記炭素含有およびシリコン含有前駆ガスが、シラン、ジシラン、メチルシラン、ジメチルシラン、トリメチルシラン、テトラメチルシリソ(THS)、ジエチルシラン、およびその混合物からなる群から選択される、請求項31に記載の方法。

【請求項33】 前記Si-DLC層は毎秒5Åよりも大きい速度で、かつ10GPaよりも大きいナノ圧痕硬度で蒸着される、請求項31に記載の方法。

【請求項34】 前記陽極と前記陰極電子源との間に流れる陽極放電電流が、少なくとも部分的に前記電磁石手段を駆動する、請求項31に記載の方法。

【請求項35】 少なくとも部分的に前記電磁石手段を駆動し、かつ前記電磁石手段の磁界の磁束線の方向を周期的に反転する交流回路手段を含む、請求項31に記載の方法。

【請求項36】 前記電磁石手段によって確立された前記磁界の磁束線の方向が、前記陽極放電領域の第二端部の前記陽極表面に実質的に平行である、請求

項31に記載の方法。

【請求項37】 前記電磁石手段によって確立された前記磁界の磁束線の方向が、前記陽極放電領域を出る前記プラズマビームの方向と実質的に同じ方向に発散する、請求項31に記載の方法。

【請求項38】 前記プラズマ維持ガスが、アルゴン、ネオン、クリプトン、キセノン、およびその混合物からなる群から選択される不活性ガスである、請求項31に記載の方法。

【請求項39】 前記陰極電子源が、前記陽極放電領域に対して軸対称に配置される、請求項31に記載の方法。

【請求項40】 前記冷却手段が、前記陽極を冷却流体と直接接触させる注入手段を有する、請求項31に記載の方法。

【請求項41】 前記プラズマ維持ガスが、前記陽極中の前記間隙を通して注入手段から前記陽極放電領域中へ実質的に均一に配分され、その結果得られる陽極放電電流が前記間隙近傍に実質的に均一に配分される、請求項31に記載の方法。

【請求項42】 前記陽極内部の前記間隙の寸法が、少なくとも前記陽極の前記間隙の付近に形成された局部プラズマの特性的Debye長よりも大きく、かつ間隙の形状が、前記陽極放電電流が前記陽極放電領域中に入る前記プラズマ維持ガスの局部領域付近の前記間隙内の前記陽極で実質的に維持されるように、前記間隙内の前記陽極上へのコーティングの視程蒸着を実質的に制限するために構成される、請求項31に記載の方法。

【請求項43】 電力供給源が、前記電子源へ約500から約1000ボルトを提供するために使用される、請求項31に記載の方法。

【請求項44】 前記前駆ガスがまた、ヘリウム、アルゴン、ネオン、クリプトン、キセノン、およびその混合物からなる群から選択される不活性ガスを含む、請求項32に記載の方法。

【請求項45】 前記前駆ガスがまた、水素、窒素、窒素含有化合物、フッ素含有化合物、およびその混合物からなる群から選択される反応性ガスを含む、請求項32に記載の方法。

【請求項46】 前記S i-DLC層が、毎秒約10から約200Åの範囲の速度で、かつ約10GPaから約40GPaの範囲のナノ圧痕硬度で蒸着される、請求項31に記載の方法。

【請求項47】 前記基板が、金属、半導体、セラミック、ガラス、ポリマー、およびその混合物からなる群から選択される、請求項31に記載の方法。

【請求項48】 配分手段が、前記プラズマビーム中に、かつ前記間隙を通して前記プラズマ維持ガスを導入する前記注入手段のそれから分離して、前記前駆ガスを直接導入するために前記ハウジング中に含まれる、請求項31に記載の方法。

【請求項49】 前記配分手段が、前記前駆ガスを前記陽極放電領域の内部へ導くために一つの端部に一つのノズルを持つ少なくとも一つの管を有する、請求項48に記載の方法。

【請求項50】 前記配分手段が、蒸着ガスを前記陽極放電領域の内部へ導くために少なくとも一つの配分リングを有する、請求項48に記載の方法。

【請求項51】 前記配分手段が、前記前駆ガスを前記陽極放電領域の外側へ導くために一つの端部に一つのノズルを持つ少なくとも一つの管を有する、請求項48に記載の方法。

【請求項52】 前記配分手段が、前記前駆ガスを前記陽極放電領域の外側へ導くために少なくとも一つの配分リングを有する、請求項48に記載の方法。

【請求項53】 前記シリコン含有前駆ガスが、プラズマイオンビーム蒸着の間にパルス化され、かつ前記プラズマ維持ガスは前記間隙を通して連続的に導入される、請求項31に記載の方法。

【請求項54】 前記シリコン含有前駆ガスがプラズマイオンビーム蒸着の間に連続的に導入され、前記陽極放電電流はパルス化される、請求項31に記載の方法。

【請求項55】 前記基板がデータ記録媒体を含む、請求項31に記載の方法。

【請求項56】 前記基板が、磁気記録媒体と共に使用される磁気トランスデューサである、請求項31に記載の方法。

【請求項57】 前記基板が、該基板の両側がS i-D L C層によって同時にコートされるように前記蒸着真空チャンバーに搭載される、請求項31に記載の方法。

【請求項58】 電圧が別のD C電力供給源によって前記陽極および前記電磁石手段に印加される、請求項31に記載の方法。

【請求項59】 材料を真空処理するホール電流イオン源であつて、

- (a) 真空下のチャンバーと；
- (b) プラズマビームの生成および加速用の前記チャンバー内部の少なくとも一つの陽極放電領域であつて、該陽極放電領域が、前記チャンバーの外側近傍の第一端部に開口部と、およびそこに少なくとも一つの間隙を持つ第二端部に少なくとも一つの陽極を持ち、前記陽極は、該陽極の後方の前記チャンバーの内部の中にプラズマの移行を形成することを禁止するように前記チャンバーから電気的に絶縁されている、少なくとも一つの陽極放電領域と；
- (c) 前記陽極を放射状熱放出による以外によって熱的に冷却する冷却手段と；
- (d) 少なくとも一つの自己持続性陰極電子源と；
- (e) 前記陽極から前記陽極放電領域を通して前記陰極へ陽極放電電流を駆動するため、前記陽極と前記自己持続性陰極との間に放電電流を流れさせる電圧を印加するために前記陽極に接続された電力供給源と；
- (f) 前記陽極の前記間隙を通し、前記陽極放電領域中へ前記プラズマ維持ガスを導入する少なくとも一つの注入手段と；
- (g) 前記陽極放電領域内部に磁界を確立し、かつ少なくとも部分的に該磁界を駆動するために前記チャンバーに搭載された少なくとも一つの電磁石とを有する、  
、  
材料を真空処理するホール電流イオン源。

【請求項60】 前記陽極と前記陰極電子源との間に流れる前記陽極放電電流が、少なくとも部分的に前記電磁石を駆動する、請求項59に記載のホール電流イオン源。

【請求項61】 前記電磁石を少なくとも部分的に駆動し、かつ前記電磁石の磁界の磁束線の方向を周期的に反転する交流電力供給源を含む、請求項59に

記載のホール電流イオン源。

【請求項62】 前記電磁石によって確立された前記磁界の磁束線の方向が、前記陽極放電領域の第二端部における前記陽極の表面に実質的に平行である、請求項59に記載のホール電流イオン源。

【請求項63】 前記電磁石によって確立された前記磁界の磁束線の方向が、前記陽極放電領域を出る前記プラズマビームの方向と実質的に同じ方向に発散する、請求項59に記載のホール電流イオン源。

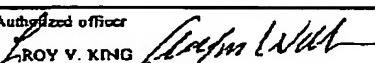
【請求項64】 前記陽極内部の前記間隙の寸法が、少なくとも前記陽極の前記間隙の付近に形成された局部プラズマの特性的Debye長よりも大きく、かつ間隙の形状が、前記陽極放電電流が前記陽極放電領域中に入る前記プラズマ維持ガスの局部領域付近の前記間隙内の前記陽極で実質的に維持されるように、前記間隙内の前記陽極上に視程蒸着を実質的に制限するために構成される、請求項59に記載のホール電流イオン源。

【請求項65】 配分手段が、前記プラズマビーム中に、かつ前記間隙を通して前記プラズマ維持ガスを導入する前記注入手段のそれから分離して、前記前駆ガスを直接導入するために前記ハウジング中に含まれる、請求項59に記載のホール電流イオン源。

【請求項66】 前記配分手段が、前記前駆ガスを前記陽極放電領域の外側へ導くために一つの端部に一つのノズルを持つ少なくとも一つの管を有する、請求項59に記載のホール電流イオン源。

【請求項67】 電圧が別のDC電力供給源によって前記陽極および前記電磁石に印加される、請求項59に記載のホール電流イオン源。

## 【国際調査報告】

INTERNATIONAL SEARCH REPORT		International application No. PCT/US00/03004
<b>A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER</b> IPC(7) :H01H 1/24; C23C 16/26; H01J 7/24 US CL :427/577,249.7, 249.15, 902, 904; 313/111.81, 111.91 According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC		
<b>B. FIELDS SEARCHED</b> Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) U.S. : 427/577,249.7, 249.15, 902, 904; 313/111.81, 111.91		
Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched "West"		
Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used) 'DLC' 'ion beam', 'Hall current ion source', 'silicon doped'.		
<b>C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT</b>		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	US 5,455,081 A (OKADA et al) 03 October 1995, see the whole document.	1-68
A	US 5,653,812 A (PETRMICHL et al) 05 August 1997, see the whole document.	31-58
A	US 4,541,890 A (CUOMO et al) 17 September 1985, see the whole document.	59-68
<input type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of Box C. <input type="checkbox"/> See parent family annex.		
* Special categories of cited documents: "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance "B" earlier document published on or after the international filing date "C" document which may show doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reasons (as specified) "D" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means "E" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed "F" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention "G" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone "H" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art "I" document member of the same journal family		
Date of the actual completion of the international search  02 JUNE 2000	Date of mailing of the international search report  20 JUN 2000	
Name and mailing address of the ISA/US Commissioner of Patents and Trademarks Box PCT Washington, D.C. 20231 Facsimile No. (703) 305-3230	Authorized officer  ROY V. KING Telephone No. (703) 308-0651	

Form PCT/ISA/210 (second sheet) (July 1998)\*

---

フロントページの続き

(72)発明者 ブラウン、デイヴィッド・ウォード  
アメリカ合衆国、ペンシルヴェニア州、ラ  
ンスデイル、ウエスト・マウント・ヴァー  
ノン・ストリート 520

(72)発明者 ペトルミクル、ルドルフ・ヒューゴ  
アメリカ合衆国、ペンシルヴェニア州、セ  
ンター・ヴァリー、ウエスト・ヴァリー・  
ロード 5422

F ターム(参考) 4K029 AA02 AA09 BA34 BC02 BD11  
CA03 DD01 DD02 EA06  
5D112 AA07 BC05 FA10 FB21

**\* NOTICES \***

JPO and NCIPPI are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

---

**CLAIMS**

---

**[Claim(s)]**

[Claim 1] In the approach of vapor-depositing diamond-like carbon (DLC) coating on the surface of a substrate using the hole current ion source (a) Step which carries said substrate in the vacuum evaporationo vacuum chamber which exhausts air from said chamber, including the hole current ion source;

(b) It is the step which is a step which excites said cathode electron source in order to supply inert gas to at least one self-durability cathode electron source of said hole current ion source and to supply an electron to the anode plate of said hole current ion source, and is electrically insulated from said vacuum chamber so that said anode plate may be forbidden from forming shift of the plasma in the interior of said hole current ion source behind this anode plate.;

(c) Introduce plasma maintenance gas to the anode plate discharge field inside said vacuum chamber through the gap of said anode plate. and the step which impresses the electrical potential difference which makes the anode plate discharge current flow between said anode plates and said electron sources -- it is -- electromagnetism -- the field established by the means It is the step which an electron ionizes plasma maintenance gas and forms the plasma beam of gas ion everywhere through said anode plate discharge field by crossing said anode plate discharge field and being formed.;

(d) Step which carries out the plasma ion beam vacuum evaporationo of the layer of DLC from carbon content precursive gas using said plasma beam while cooling thermally with the cooling means except depending said anode plate on radial thermal emission;

(e) Step which increases a vacuum chamber pressure to the atmospheric pressure force;

(f) The diamond-like carbon (DLC) coating vacuum evaporationo approach containing the step which collects DLC coat substrate products.

[Claim 2] The approach according to claim 1 by which said DLC layer is vapor-deposited at a larger rate than 5A/s.

[Claim 3] The approach according to claim 1 by which said DLC layer is vapor-deposited at a larger rate than 10A/s.

[Claim 4] The approach according to claim 1 which said DLC layer is a rate quicker than 10A/s, and is vapor-deposited by the larger nano indentation degree of hardness than 10GPa(s).

[Claim 5] The approach according to claim 1 the anode plate discharge current which flows between said anode plates and said cathode electron sources drives said electromagnet means partially at least.

[Claim 6] An approach including an AC-circuit means to drive said electromagnet means partially at least, and to reverse periodically the direction of the line of magnetic flux of the field of said electromagnet means according to claim 1.

[Claim 7] The direction of the line of magnetic flux of said field established by said electromagnet means is an parallel approach according to claim 1 substantially on said anode plate front face of the second edge of said anode plate discharge field.

[Claim 8] The direction of a plasma beam to which the direction of the line of magnetic flux of said field established by said electromagnet means comes out of said anode plate discharge field, and the approach according to claim 1 of emitting in the same direction substantially.

[Claim 9] The approach according to claim 1 of being inert gas chosen from the group which said plasma maintenance gas becomes from an argon, neon, a krypton, a xenon, and its mixture.

[Claim 10] The approach according to claim 1 by which said cathode electron source is arranged to said anode plate discharge field at axial symmetry.

[Claim 11] The approach according to claim 1 said cooling means has an impregnation means to contact said anode plate a cooling fluid and directly.

[Claim 12] The approach according to claim 1 by which said plasma maintenance gas is substantially distributed to homogeneity all over said anode plate discharge field from an impregnation means, and is distributed to homogeneity through said gap in said anode plate substantially [ the anode plate discharge current acquired as a result ] near said gap.

[Claim 13] The dimension of said gap inside said anode plate is larger than the property-Debye length of the local plasma formed near said gap of said anode plate at least. And the configuration of said gap so that said anode plate discharge current may be maintained substantially in said anode plate in the gap near the local field of said plasma maintenance gas which enters all over said anode plate discharge field. The approach according to claim 1 of vapor-depositing a vacuum evaporationo ingredient on the substrate constituted in order to restrict substantially visibility vacuum evaporationo of coating to said anode plate top in said gap.

[Claim 14] The approach according to claim 1 used in order that a power source of supply may offer about 500 to about 1000 volts to said electron source.

[Claim 15] The approach according to claim 1 chosen from the group which said carbon content precursive gas becomes from methane, ethane, ethylene, butane, a butadiene, acetylene, a hexane, a cyclohexane, and its mixture.

[Claim 16] The approach according to claim 15 said carbon content precursive gas contains the inert gas chosen from helium, an argon, neon, a krypton, a xenon, and the group that consists of the mixture again.

[Claim 17] The approach according to claim 16 said carbon content precursive gas contains the reactant gas chosen from the group which consists of hydrogen, nitrogen, a nitrogen content compound, a fluorine content compound, and its mixture again.

[Claim 18] The approach according to claim 2 by which said DLC layer is the rate of the range of about 5 to about 200A per second, and is vapor-deposited by the nano indentation degree of hardness of the range of about 10 to about 40 GPa(s).

[Claim 19] The approach according to claim 1 chosen from the group which said substrate becomes from a metal, a semi-conductor, a ceramic, glass, a polymer, and its mixture.

[Claim 20] an allocation means -- the inside of said plasma beam -- and said impregnation means to introduce said plasma maintenance gas through said gap -- and the approach according to claim 12 included in said housing in order to dissociate and to introduce said precursive gas directly.

[Claim 21] The method according to claim 20 of having at least one tubing with which said allocation means has one nozzle in one edge in order to lead said precursive gas to the interior of said anode plate discharge field.

[Claim 22] The approach according to claim 20 said allocation means has at least one allocation ring in order to lead vacuum evaporationo gas to the interior of said anode plate discharge field.

[Claim 23] The method according to claim 20 of having at least one tubing with which said allocation means has one nozzle in one edge in order to lead said precursive gas to the outside of said anode plate discharge field.

[Claim 24] The approach according to claim 20 said allocation means has at least one allocation ring in order to lead said precursive gas to the outside of said anode plate discharge field.

[Claim 25] The approach according to claim 1 by which flow of said carbon content precursive gas is pulse-sized between said plasma ion beam vacuum evaporationo, and said plasma maintenance gas is continuously introduced through said gap.

[Claim 26] It is the approach according to claim 1 by which said carbon content precursive gas is continuously introduced between plasma ion beam vacuum evaporationo, and said anode plate discharge current is pulse-sized.

[Claim 27] The approach according to claim 1 said substrate contains a data-logging medium.

[Claim 28] The approach according to claim 1 said substrate is the magnetic transducer used with a magnetic-recording medium.

[Claim 29] The approach according to claim 1 by which said substrate is carried in said vacuum evaporationo vacuum chamber so that the coat of the both sides of this substrate may be carried out

to coincidence by said DLC layer.

[Claim 30] The approach according to claim 1 by which an electrical potential difference is impressed to said anode plate and said electromagnet means by another DC power source of supply.

[Claim 31] In the approach of vapor-depositing diamond-like carbon (Si-DLC) coating by which the silicon dope was carried out on the surface of the substrate using the hole current ion source (a) Step which carries said substrate in the vacuum evaporationo vacuum chamber which exhausts air from said chamber, including the hole current ion source;

(b) It is the step which is a step which excites said cathode electron source in order to supply inert gas to the self-durability cathode electron source of said hole current ion source and to supply an electron to the anode plate of said hole current ion source, and is electrically insulated from said vacuum chamber so that said anode plate may be forbidden from forming shift of the plasma into inside said hole current ion source behind said anode plate.;

(c) Introduce plasma maintenance gas to the anode plate discharge field inside said vacuum chamber through the gap of said anode plate. And it is the step which impresses the electrical potential difference which makes the anode plate discharge current flow between said anode plates and said electron sources. electromagnetism -- the step which the field established by the means crosses said anode plate discharge field, and is formed, and an electron ionizes plasma maintenance gas and forms the plasma beam of gas ion everywhere through said anode plate discharge field, and;

(d) Step which uses said plasma beam and carries out the plasma ion beam vacuum evaporationo of the layer of Si-DLC from carbon content precursive gas and silicon content precursive gas while cooling thermally with the cooling means except depending said anode plate on radial thermal emission;

(e) Step which increases a vacuum chamber pressure to the atmospheric pressure force;

(f) The step which regains a Si-DLC coat substrate product is included. The diamond-like carbon (Si-DLC) coating vacuum evaporationo approach by which the silicon dope was carried out.

[Claim 32] The approach according to claim 31 chosen from the group which said carbon content and silicon content precursive gas become from a silane, a disilane, methylsilane, dimethylsilane, a trimethyl silane, a tetramethylsilane (TMS), diethylsilane, and its mixture.

[Claim 33] Said Si-DLC layer is an approach according to claim 31 which is a larger rate than 5A/s, and is vapor-deposited by the larger nano indentation degree of hardness than 10GPa(s).

[Claim 34] The approach according to claim 31 the anode plate discharge current which flows between said anode plates and said cathode electron sources drives said electromagnet means partially at least.

[Claim 35] An approach including an AC-circuit means to drive said electromagnet means partially at least, and to reverse periodically the direction of the line of magnetic flux of the field of said electromagnet means according to claim 31.

[Claim 36] The direction of the line of magnetic flux of said field established by said electromagnet means is an parallel approach according to claim 31 substantially on said anode plate front face of the second edge of said anode plate discharge field.

[Claim 37] The direction of said plasma beam to which the direction of the line of magnetic flux of said field established by said electromagnet means comes out of said anode plate discharge field, and the approach according to claim 31 of emitting in the same direction substantially.

[Claim 38] The approach according to claim 31 of being inert gas chosen from the group which said plasma maintenance gas becomes from an argon, neon, a krypton, a xenon, and its mixture.

[Claim 39] The approach according to claim 31 by which said cathode electron source is arranged to said anode plate discharge field at axial symmetry.

[Claim 40] The approach according to claim 31 said cooling means has an impregnation means to contact said anode plate a cooling fluid and directly.

[Claim 41] The approach according to claim 31 by which said plasma maintenance gas is substantially distributed to homogeneity all over said anode plate discharge field from an impregnation means, and is distributed to homogeneity through said gap in said anode plate substantially [ the anode plate discharge current acquired as a result ] near [ said ] the gap.

[Claim 42] The dimension of said gap inside said anode plate is larger than the property-Debye length of the local plasma formed near said gap of said anode plate at least. And the configuration of a gap so that said anode plate discharge current may be maintained substantially in said anode plate

in said gap near the local field of said plasma maintenance gas which enters all over said anode plate discharge field. The approach according to claim 31 constituted in order to restrict substantially visibility vacuum evaporationo of coating to said anode plate top in said gap.

[Claim 43] The approach according to claim 31 used in order that a power source of supply may offer about 500 to about 1000 volts to said electron source.

[Claim 44] The approach according to claim 32 said precursive gas contains the inert gas chosen from helium, an argon, neon, a krypton, a xenon, and the group that consists of the mixture again.

[Claim 45] The approach according to claim 32 said precursive gas contains the reactant gas chosen from the group which consists of hydrogen, nitrogen, a nitrogen content compound, a fluorine content compound, and its mixture again.

[Claim 46] The approach according to claim 31 by which said Si-DLC layer is the rate of the range of about 10 to about 200A per second, and is vapor-deposited by the nano indentation degree of hardness of the range of about 10 to about 40 GPa(s).

[Claim 47] The approach according to claim 31 chosen from the group which said substrate becomes from a metal, a semi-conductor, a ceramic, glass, a polymer, and its mixture.

[Claim 48] an allocation means -- the inside of said plasma beam -- and said impregnation means to introduce said plasma maintenance gas through said gap -- and the approach according to claim 31 included in said housing in order to dissociate and to introduce said precursive gas directly.

[Claim 49] The method according to claim 48 of having at least one tubing with which said allocation means has one nozzle in one edge in order to lead said precursive gas to the interior of said anode plate discharge field.

[Claim 50] The approach according to claim 48 said allocation means has at least one allocation ring in order to lead vacuum evaporationo gas to the interior of said anode plate discharge field.

[Claim 51] The method according to claim 48 of having at least one tubing with which said allocation means has one nozzle in one edge in order to lead said precursive gas to the outside of said anode plate discharge field.

[Claim 52] The approach according to claim 48 said allocation means has at least one allocation ring in order to lead said precursive gas to the outside of said anode plate discharge field.

[Claim 53] It is the approach according to claim 31 by which said silicon content precursive gas is pulse-sized between plasma ion beam vacuum evaporationo, and said plasma maintenance gas is continuously introduced through said gap.

[Claim 54] It is the approach according to claim 31 by which said silicon content precursive gas is continuously introduced between plasma ion beam vacuum evaporationo, and said anode plate discharge current is pulse-sized.

[Claim 55] The approach according to claim 31 said substrate contains a data-logging medium.

[Claim 56] The approach according to claim 31 said substrate is the magnetic transducer used with a magnetic-recording medium.

[Claim 57] The approach according to claim 31 by which said substrate is carried in said vacuum evaporationo vacuum chamber so that the coat of the both sides of this substrate may be carried out to coincidence by the Si-DLC layer.

[Claim 58] The approach according to claim 31 by which an electrical potential difference is impressed to said anode plate and said electromagnet means by another DC power source of supply.

[Claim 59] It is the hole current ion source which carries out vacuum processing of the ingredient, and is a chamber under the (a) vacuum.;

It is at least one anode plate discharge field inside generation of a plasma beam, and said chamber for acceleration. This anode plate discharge field at the first edge near the outside of said chamber  
(b) Opening, It has at least one anode plate in the second edge which has at least one gap there. And said anode plate At least one anode plate discharge field electrically insulated from said chamber so that it may forbid forming shift of the plasma into inside said chamber behind this anode plate;  
(c) A cooling means to cool thermally except depending said anode plate on radial thermal emission;

(d) At least one self-durability cathode electron source;

(e) Power source of supply connected to said anode plate in order to impress the electrical potential difference which makes the discharge current flow between said anode plate and said self-durability cathode since the anode plate discharge current is driven from said anode plate to said cathode

through said anode plate discharge field;

(f) At least one impregnation means to introduce said plasma maintenance gas for said gap of said anode plate all over through and said anode plate discharge field;

(g) A field is established inside said anode plate discharge field, and since this field is driven partially at least, it has at least one electromagnet carried in said chamber. The hole current ion source which carries out vacuum processing of the ingredient.

[Claim 60] The hole current ion source according to claim 59 said whose anode plate is a fluid cooling anode plate.

[Claim 61] The hole current ion source according to claim 59 to which said anode plate discharge current which flows between said anode plates and said cathode electron sources drives said electromagnet partially at least.

[Claim 62] The hole current ion source including the source of an alternating current electric power supply which drives said electromagnet partially at least, and reverses periodically the direction of the line of magnetic flux of the field of said electromagnet according to claim 59.

[Claim 63] The direction of the line of magnetic flux of said field established by said electromagnet is the parallel hole current ion source according to claim 59 substantially on the front face of said anode plate in the second edge of said anode plate discharge field.

[Claim 64] The direction of said plasma beam to which the direction of the line of magnetic flux of said field established by said electromagnet comes out of said anode plate discharge field, and the hole current ion source according to claim 59 substantially emitted in the same direction.

[Claim 65] The dimension of said gap inside said anode plate is larger than the property-Debye length of the local plasma formed near said gap of said anode plate at least. And the configuration of a gap so that said anode plate discharge current may be maintained substantially in said anode plate in said gap near the local field of said plasma maintenance gas which enters all over said anode plate discharge field. The hole current ion source according to claim 59 constituted in order to restrict visibility vacuum evaporationo substantially on said anode plate in said gap.

[Claim 66] an allocation means -- the inside of said plasma beam -- and said impregnation means to introduce said plasma maintenance gas through said gap -- and the hole current ion source according to claim 59 included in said housing in order to dissociate and to introduce said precursive gas directly.

[Claim 67] The hole current ion source according to claim 59 which has at least one tubing with which said allocation means has one nozzle in one edge in order to lead said precursive gas to the outside of said anode plate discharge field.

[Claim 68] The hole current ion source according to claim 59 by which an electrical potential difference is impressed to said anode plate and said electromagnet by another DC power source of supply.

---

[Translation done.]

**\* NOTICES \***

JPO and NCIPPI are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

---

**DETAILED DESCRIPTION**

---

**[Detailed Description of the Invention]****[0001]**

This applications are the United States patent application 08th of July 25, 1997 application / partial continuation application of No. 901,036 (surrogate reference number No.53257).

**[0002]****[Field of the Invention]**

This invention is the approach of vapor-depositing a thin film, hardening, and wear-resistant diamond-like carbon, equipment, and silicon that uses the grid loess hole current ion source. - It is related with use of the process which generates the protective coating for data storage and other application in the doped diamond-like carbon coating list.

**[0003]****[Background of the Invention]**

There are many examples in the conventional technique which applies the grid-ized ion source to direct vacuum evaporationo of diamond-like carbon coating (DLC) from the mixture of the hydrocarbon gas within the ion source, and hydrocarbon gas, and the mixed gas of inert gas and hydrocarbon gas. The two latest report is assistance explaining application to vacuum evaporationo of DLC coating of the recently technique of the grid-ized ion source. M. "Applied physics Letters" Vol.64 [ / else / UEIRA ] and 2792-2799 "Journal OBU applied physics" Vol.82 [ / else / SATTORU / a page (1994) and ] and 4566-4575 The page (1997) has indicated application to direct vacuum evaporationo of DLC which used the acetylene gas of the grid-ized ion source. Their researches are the conditions of offering about 100eV per C atom by which the high degree of ionization of (1) distributed gas was obtained, and the high C/H weight ratio of (2) ion kinds was formed, and the average energy of (3) beams was vapor-deposited from the ion beam, and are high sp3. It is shown that DLC coating of a larger degree of hardness than 10GPa(s) can vapor-deposit to about 10A per second at the moderate rate of vacuum evaporationo by the fraction. Therefore, the grid-ized ion source operates with about 100-250eV ion energy, in order to form hard (namely, >10GPa) DLC coating generally.

**[0004]**

It is known that DLC coating containing other dopant elements, for example, silicon, will also be generable. This kind of coating is usually called the silicon-dope DLC or Si-DLC. For example, Si-DLC coating for the MAG transducer of September 3, 1996 application [ / else / Brown ] with which the United States patent application 08th under continuation / No. 707,188 were still vapor-deposited by the direct ion beam vacuum evaporationo approach by silicon content and carbon content precursive gas, and a magnetic-recording medium is indicated. ;, about 12 [ i.e., ], by which these Si-DLC coatings are characterized with the following property -- the nano pushing hardness of the range of GPa-19GPa, and about 0.4 -- the compressive force of the range of GPa-1.8GPa, and about 1463 -- cm-1 to about 1530 -- they are the Raman spectrum G-peak position of the range of cm-1, the silicon concentration of the range of about 1 atom % to about 30 atoms %, and the hydrogen concentration of the range of about 25 atoms % to about 47 atoms %. In the example in this specification, the grid-ized ion source is indicated as equipment which vapor-deposits Si-DLC coating.

**[0005]**

However, it is common knowledge that application to DLC and Si-DLC vacuum evaporationo is limited by the function of electrostatic grid optical system required in order that the grid-ized ion source may form a \*\* monochrome-ENAJIE tick ion beam. This kind of grid restricts beam style concentration, therefore the rate of vacuum evaporationo in manufacture. Furthermore, a grid will destroy generation after all, when removing vacuum evaporationo from grid optical system, and it will restrict a maintenance cycle, and coating will be substantially carried out by the vacuum evaporationo which produces a wide range maintenance problem. Generally the grid-ized ion source operates by the low vaccum pressure of  $5 \times 10^{-6}$  to 4 or less Torrs, and, generally has [ as opposed to / almost / the gas hydrocarbon chemical of all classes ] the rate of less than  $10\text{A} / \text{second}$  ion beam DLC vacuum evaporationo.

[0006]

In order to conquer the limit accompanying the grid-ized ion source, with the conventional technique, the attempt which uses the grid loess hole current ion source for vacuum evaporationo of DLC coating is made. In such DC or a pulse-ized DC device, ion is accelerated from the field of the ion generation through the electric field E established within the large discharge near the anode plate of equipment. This electric field are brought about by the electrostatic field B by which the electronic drift migration to the anode plate from cathode was imposed on discharge of the inside near the anode plate with which it is interfered by the field. An electron ionizes distributed gas as the electron emitted from cathode collides and a drift is carried out toward an anode plate through a field through unusual diffusion. The mobility to which the electron which crosses a field line was limited forms the electric field which intersect perpendicularly with space charge and the \*\*\*\*(ed) field substantially near the anode plate. The ion generated in the anode plate discharge field separates from an anode plate, and is accelerated. Since discharge of an anode plate and the are recording field of ion do not eliminate an electron, ion beam current density is not restricted by the peculiar space charge limitation in static storage optical system. In case this separates from an anode plate and an ion acceleration field and spreads some electrons emitted from cathode, and the electron released from ionization in discharge, it acts also so that an ion beam may be made to carbonate electrically. By the pressure of 10 to 4 or more Torrs, the diffusion background discharge to which the charge exchange process in the ionization which is distant from an anode plate discharge field, and an ion beam makes the output characteristics of the source which appears as both the ion beam carbonated electrically and false neutral diffusion plasma can be formed. Unlike the \*\* monochrome ENAJIE tech ion energy distribution of the grid-ized ion source, this grid loess ion source has an extensive energy spectrum, and makes a very high ion current consistency possible. The synthetic output of both a selfish nature-ized ion beam and the diffusibility plasma may often be called a "plasma beam."

[0007]

This type of the ion source of other characteristic qualities are ExB drift current movements of the electron in an anode plate discharge field. The electron which is a screw type around the line of magnetic force of a field experiences ExB thru/or the hall effect force, and carries out a drift in the direction which intersects perpendicularly to both a field and electric field collectively. This is called the hall effect drift current. In order to avoid the hole potential which may be formed in accordance with this electronic drift path, these ion sources have the anode plate discharge field or channel which makes it possible to carry out the drift of the hall effect current along the continuous menopause way. The conventional technique is calling these types of ion source in the name of a large number. That is, they are a "magnetic plasma-dynamic arc thruster", a "hole accelerator", a "closed drift thruster", and the "hole current ion source." The expedient tops of this indication and these devices are generally called the "hole current ion source." There is the "- hole [ and ]" ion source indicated by U.S. Pat. No. 4,862,032 [ / else / Kauffmann ] of August 29, 1989 issue as explanation of this technique of further others.

[0008]

The following example of reference shows the conventional technique about what applied the hole current ion source to vacuum evaporationo of DLC coating.

[0009]

"Japanese journal OBU applied physics" Vol.31 [ / else / Okada ] and 1845-1854 The page (1992)

has indicated the high energy hole current ion source used for vacuum evaporationo of an ion implantation and hard, and attrition-proof DLC coating.

[0010]

"Diamond and related ingredient" Vol.4 [ / else / sheave / FEDO ] and 314 - 317 pages (1995) of hole-current ion sources used for vacuum evaporationo of comparatively transparent DLC coating are indicated.

[0011]

U.S. Pat. No. 5,616,179 of April 1, 1997 issue [ / else / in / BAL dough ] is the shape of a diamond, and conductivity, and has indicated coating which uses the process for vacuum evaporationo of the film of the electron emission carbon base, and the end-hole ion source of '032 patent [ / else / Kauffmann ].

[0012]

U.S. Pat. No. 5,508,368 [ / else / nap ] of April 16, 1996 issue and U.S. Pat. No. 5,618,619 [ / else / TOMIKURU / pel ] of April 8, 1997 issue have indicated the process at which the end-hole ion source or the hole current ion source is used for vapor-depositing high transparency coating which has the nano pushing hardness of about 2 to 5GPa(s), and the abrasion resistance which is equal to glass, and which consists of C, Si, O, and H.

[0013]

It is desirable to vapor-deposit DLC and Si-DLC coating for the product hardened on the substrate of the large class about the example of application of a large number by the direct ion beam vacuum evaporationo by the grid loess hole-current ion source. When it explains in more detail, it is desirable to vapor-deposit DLC and Si-DLC coating from the grid loess hole-current ion source, such coating has the nano indentation degree of hardness of a larger value than 10GPa(s), and the rate of vacuum evaporationo of such coating is larger than 10A per second in hardening (setting) of a product. As an example, the super-\*\*, for example, less than 100A thickness, thing for which DLC and the Si-DLC overcoat of 50A [ about 20A to ] thickness are generated preferably is desirable, and the degree of hardness is larger than 10GPa(s) on the magnetic transducer which maintains very low magnetic space, and a magnetic medium while it offers the lubrication property that it is used for a data storage application and a head disk interface is needed. In mass production method, in order to make it in agreement with the requirements for throughput of a product, as for the overcoat on a magnetic disk, it is desirable to be vapor-deposited at the rate of about 5 to 30A. [ per second ]

[0014]

It is equally important to enable it to apply these coatings to a product environment in addition to rationalization of the property of DLC and Si-DLC. therefore, : with required having a following additional property and capacity, in case the hole-current ion source vapor-deposits DLC and Si-DLC coating -- that is Since it is refractoriness in comparison to non-conductive hydrocarbon coating formed in the anode plate discharge field of 1 ion source, It operates on power high in comparison, and discharge current level It has the beam output which is reliable about the geometry of 2 ion sources, and has coordination and symmetry, there is no potential damage over generating of 3 arc and the electric transient phenomenon which is not desirable as for others 4 ignition (ignit) and application to a periodic on-off control action are easy 5 -- being easily measurable to the application which includes large surface area.

[0015]

The conventional hole current ion source will receive altogether the limit which forbids these use in a manufacture environment for vacuum evaporationo of DLC and Si-DLC coating. No examples of reference of the conventional technique are taught about how the problem relevant to high vacuum evaporationo of non-conductive [ DLC ] and Si-DLC coating is conquered within DLC and a Si-DLC coating manufacture environment.

[0016]

Although Okada etc. is indicating use of the hole current ion source of comparatively high beam energy (about 200 to 1000eV) during vacuum evaporationo of a DLC film from methane, applying equipment to Si-DLC coating is not indicating. It is large-sized and these refined devices form a field in the extended acceleration channel using many electromagnets. There is no direct active cooling of the anode plate aggregate, and equipment operates with the low anode plate anticathode current near

1A with the low quantity of gas flow of Number sccm. 500 It is high and the highest VIKKASU degree of hardness of coating vapor-deposited from methane by using the ion beam energy of eV extent on 10cm lower stream of a river of the front face of the ion source is 2 about 4600kg/mm with a 10g load. It was a VIKKA degree of hardness. However, the rate of vacuum evaporationo was about 2A from per [ 1 / only ] second very low rather than it wanted. It is not teaching how it operates, this ion source is formed and DLC or Si-DLC is generated at the high rate of vacuum evaporationo. Furthermore, this type of the hole current ion source of thing does not have the independent cathode made to generate self-self-sustaining continuation electron emission. This makes the periodic on-off control action difficult at the time of manufacture. There are no report about this extended channel hole current ion source and example which can vapor-deposit DLC coating of the high degree of hardness in high rate in itself, or can focus at high rate on the common problem corresponding to direct vacuum evaporationo of coating.

[0017]

A FEDO sheave etc. generates DLC coating using the mixture of hydrogen and hydrocarbon distributed gas in the hole acceleration ion source equipped with the water cooling type anode plate. Their intention was generating transparent DLC coating on the low level of light absorption optically. DLC coating generated from the distributed gas which added methane, ethane, and acetylene to hydrogen was vapor-deposited on the substrate arranged by 18cm from the front face of the ion source. The range of the rate of vacuum evaporationo is 30A from per [ 2 / about ] second. However, it is very low, and the VIKKASU degree of hardness of DLC coating is measured by the 5g very light load, and the range of it is [ mm ] 2 (4 to 10GPa(s)) 1,000kg /from 400. Furthermore, it is known that the degree of hardness of DLC coating will be overestimated by use of such a low indenter load. Thus, there is no instruction which suggests how the hole acceleration ion source of a FEDO sheave attains DLC coating of a very high degree of hardness.

[0018]

The '179 patent [ / else / in / BAL dough ] is indicating amorphous or the process which vapor-deposits nano face DLC coating using the end-hole ion source. In one example of this process, the various hydrocarbon gas which combined the argon is used for vapor-depositing DLC coating at the high rate of about 33A per second by the degree of hardness of 8GPa. They are [ - hole ion source and ] about 0.2 A/cm<sup>2</sup> from methane / argon mixture with 100eV ion energy from per [ by which, as for BAL dough in etc., the DLC film was vapor-deposited in their desirable example / 90 / about ] C atom. It is teaching being generated by beam current density. which -- others -- process conditions to which instruction also enables vacuum evaporationo of very hard DLC or Si-DLC coating at the rate of vacuum evaporationo high [ how ] -- or -- and it is not teaching whether the gestalt of - hole ion source is changed.

[0019]

'368 patent and '619 patent are indicating the ion beam vacuum evaporationo approach of manufacturing the matter accompanied by the improved abrasion resistance and the improved life, respectively. [ / else / PITAMICHIERU / besides a nap ] In detailed explanation of the example of these invention, and a desirable example, - hole ion source operates by the hydrocarbon gas containing methane and a cyclohexane, and vapor-deposits DLC. It is mainly focused on vacuum evaporationo of the abrasion resistance in which these patents have the high expandability accompanied by the desirable degree of hardness of the range of 5GPa(s), and low compressive force from about 2. Although the nap etc. is touching on application of other types of the hole current ion source (namely, hole acceleration ion source) again for this approach, this kind of another grid loess ion source is designed how, and it is generated, or is not examining thru/or teaching whether it operates. Thus, there is no instruction which suggests how the hole current ion source is applied and DLC or Si-DLC coating of a high degree of hardness is formed for high productivity.

[0020]

the fault on the actuation of further others of the hole current ion source by the conventional technique is based on Mahoney etc. -- it applies on July 25, 1997 -- having -- yet -- coincidence -- pending in court -- it is indicated by the U.S. patent application 08th / No. 901,036, and the explanation is taken in as an example of reference here.

[0021]

What is explained below is the outline of the fault of the example of application of the hole current ion source by the conventional technique for vacuum evaporationo of DLC and Si-DLC coating.

1) DLC coating accompanied by a larger degree of hardness than 10GPa and the larger rate of vacuum evaporationo than 10A per second is ungenerable.

2) In order to promote the high rate of vacuum evaporationo, and beam current flux, it cannot operate on comparatively high power and discharge current level by the extended time period.

3) Actuation is sensitive to non-conductive hydrocarbon coating formed in the anode plate discharge field of the ion source.

4) Dependability does not have an ion beam property in time, and it is inconsistent, and is spatially unsymmetrical about the geometrical gestalt of ion source equipment.

5) It is easy to be influenced for the plasma arc which bars manufacture, a short circuit, and the electric transient phenomenon which is not desirable as for others of damage.

6) It cannot start easily and periodic turning-on-and-off actuation cannot be applied.

7) It is difficult to measure the example of application which includes large surface area or width of face.

[0022]

#### [Summary of the Invention]

The approach of this invention consists of vapor-depositing DLC or Si-DLC coating on the front face of a substrate using the hole current ion source. this hole current ion source and its example are based on Mahoney etc. -- yet -- coincidence -- pending in court -- it is indicated by the U.S. patent application 08th of application / No. 901,036 on July 25, 1997, and that explanation is taken in as an example of reference here. The electronic catalytic current (electron contact current) continues, and especially the ion source contains nonradioactive or the fluid cooling anode plate which offers one or two or more conductive surface areas substantially maintainable around an anode plate to homogeneity, when DLC and Si-DLC coating are vapor-deposited.

[0023]

In the initial process of this approach, a substrate is attached in a vacuum evaporationo vacuum chamber including the hole current ion source, and air is discharged from a chamber. Inert gas is supplied to at least one self-self-sustaining cathode electron source, and an electron source is appropriately excited by the power-source means, i.e., one or the power source beyond it, and supply to the anode plate of the electronic hole current ion source is offered. The anode plate is electrically insulated from the vacuum chamber by the approach of preventing trespassing upon the interior of the hole current ion source which has formation of the plasma behind an anode plate. Plasma maintenance gas is introduced into the anode plate discharge field in a vacuum chamber through the gap of an anode plate. Next, an electrical potential difference is impressed and it is made for the discharge current to flow between an anode and the electronic source. Additionally, an electrical potential difference is impressed to the electromagnet power source for at least one electromagnet of an electromagnetic means, i.e., the hole current ion source, and passes a current on an electromagnet. A field is formed over an anode plate discharge field, an electron ionizes plasma maintenance gas and this results again in forming Guth Ion's plasma beam in the whole anode plate discharge field further. The layer of DLC or Si-DLC is carbon content precursive gas or the plasma ion beam vapor-deposited from the mixture of silicon content and carbon content precursive gas, respectively. An anode plate is cooled by the cooling means during vacuum evaporationo thermally besides being based on use of convection-current cooling or conduction cooling in addition to radiant heat emission. Preferably, an anode plate is a fluid cooling anode plate. A vacuum chamber pressure rises to an atmospheric pressure, and the substrate products to which DLC coating or Si-DLC coating was performed are collected.

[0024]

DLC and Si-DLC coating which were collected are vapor-deposited from the rate which has the degree of hardness which exceeds 10GPa(s) using the characteristic hole current ion source, and exceeds substantially 5A/second, about 10 [ i.e., ], in the 120A [/second ] range. This grid loess ion source is the menopause way or the non-menopause way hole current ion source which illustrates the property of conquering the problem which the ion source of the conventional technique encountered, when it applies to manufacture of DLC coating.

[0025]

Precursive gas lets the gap in an anode plate pass with plasma maintenance gas, or is directly introduced in a plasma beam, and further, through the gap of an anode plate, it dissociates from installation of plasma maintenance gas, and it is introduced. The dimension of the gap in an anode plate is larger than the property Debye length (Debye length) of the local plasma formed near the gap in an anode plate at least. the configuration of a gap restricts visibility vacuum evaporationo of coating substantially on an anode plate in a gap so that the anode plate discharge current may be maintained substantially in the anode plate in the gap near the local field of the plasma maintenance gas which enters all over an anode plate discharge field -- as -- \*\*\*\* -- last \*\* The configuration of a gap is formed so that it may be substantially maintained in an anode plate in the gap near the localized field of the plasma maintenance gas which passes through an anode plate discharge field.

[0026]

This characteristic hole current ion source: Anode plate by which the seal was carried out in insulation so that it might prevent that (a) plasma is formed behind an anode plate;

(b) A nonradioactive cooling means to cool an anode plate;

(c) Self-self-sustaining cathode, i.e., cathode which has the independent power source,;

(d) Electromagnet which is periodically reversed from an anode plate by the discharge current of self-self-sustaining cathode HE, or the independent direct current (DC), namely, operates by the discharge current from the source of an alternating current (AC) partially at least;

(e) At least one gap in the anode plate which introduces plasma maintenance gas through an injector or other injection means;

since -- it becomes.

[0027]

In application to the DLC coating vacuum evaporationo, hole-current ion source equipment is formed in the closedown or the non-closedown hole-current drift path field. In order that a space time average output may form a symmetrical plasma beam in geometry about the dimension of the ion source again, the field reversed thru/or changed periodically is used for this non-closedown hole current ion source. Especially in case this non-closedown hole-current ion source vapor-deposits DLC and Si-DLC coating on a large field and a substrate, it is useful.

[0028]

When DLC or Si-DLC processing generates high insulating vacuum evaporationo on the anode plate field of the hole-current ion source, it turns out that it is desirable to the source of a direct current that an electromagnet operates partially the current from the discharge current from an anode plate to self-self-sustaining cathode or the independent current source reversed thru/or changed periodically. However, the electromagnet found that it was possible to operate a hole current source by the stable approach of using a dc source by use of the processing conditions leading to insulation weak on an anode plate field, or conductive vacuum evaporationo, for example, acetylene precursive gas.

[0029]

By introducing completely partially precursive gas (having non-reacting maintenance gas or this [ no ]) into the anode plate discharge field of the hole-current ion source, at the rate of the range of about 200A from per [ 10 / about ] second It is the degree of hardness of the range of about 10 to about 40 GPa(s), and DLC coating can be vapor-deposited for the compression stress of the range of 8GPa(s) from about 0.5. At moreover, the rate of the range of about 200A from per [ 5 / about ] second With the degree of hardness of the range of about 10 to about 40 GPa(s), it is the compression stress of the range of about 0.5 to 6GPa(s), and Si-DLC coating can be vapor-deposited by the silicon concentration of the range of about 2 to about 48 atoms %. Furthermore, vacuum evaporationo of DLC coating of the degree of hardness which uses various hydrocarbon distributed gas and is not expected less than with surprising low time average ion energy, i.e., 40eV, by actuation of the hole current ion source characteristic at high beam current density is possible.

[0030]

[Detailed description]

Detailed explanation of the hole-current ion source of this invention, its actuation, and an operation gestalt are already explained to the U.S. patent application 08th of application / No. 901,036 on July 25, 1997, and use this by reference on these specifications. Drawing 1 shows one axial symmetry

example of the hole-current ion source to specify. Equipment 10 consists of a base element of menopause way hole-current ion source equipment. The hole-current ion source 10 consists of an electric power supply means (not shown) to drive the separation electric power supply means (not shown) and anode plate 16 which supply the cathode aggregate 12, the keeper aggregate 13, the field circuit aggregate and an electromagnet 14, the anode plate aggregate 16, and an electrical potential difference, and drive the source 18 of cathode electron emission, and an electromagnet 14. The field circuit which serves as the water-cooled magnetic-core aggregate 20, a back plate 22, the external shell 24, and the external electrode plate 26 from the internal pole piece 28 drives with the electromagnet 14 positioned in the center of the cylinder-like ion source housing aggregate 10. Although a power feed tray supplies the combination of formation or this kind of voltage waveform for DC, AC, RF, and a pulse voltage waveform, DC and pulse-sized DC are used as usual.

[0031]

Non-MAG stainless steel and the anode plate aggregate 16 consist of a gap 34 specified by coincidence with the internal anode plate ring 30, the external anode plate ring 32, and both the rings 30 and 32, and the gas distribution manifold or the impregnation ring 40 supplied by gas supply Rhine 42 insulated electrically. Some insufflation holes distribute gas to homogeneity from a manifold 40 in a gap 34 -- as -- dimension attachments -- it \*\*\*\* and \*\*\*\*. The anode plate 116 also contains two water-cooled channels. The anode aggregate 16 is insulated with the internal insulating ring 48 generally made from an elevated-temperature ceramic from the magnetic-circuit aggregate by the external insulating member 50 while it is held by two circular arrays 44 of a fastener, for example, shoulder \*\*\*\*, together. The anode plate aggregate 16 is being fixed to the flange aggregate 60 bottom by some fasteners 62 and insulating members 64. In order to carry out the seal of the acceleration channel 70, installation and finishing of the field between a pole piece 28, an insulating ring 48, and a ring 30 and between a pole piece 26, an insulating ring 50, and a ring 32 are fully performed, and prevent the distribution to the contrant region 80 of the ion source housing 10 of the plasma.

[0032]

In the new mode of this hole-current ion source which offers characteristic capacity about ion beam vacuum evaporationo of DLC and Si-DLC coating Formation of (a) plasma beam, and anode plate discharge field for acceleration;

- (b) Anode plate which changed the seal into the insulating condition which prevents that the plasma is formed behind an anode plate;
- (c) Non-radiative cooling means for cooling an anode plate;
- (d) Self-self-sustaining cathode, i.e., cathode which has the independent power source,;
- (e) Electromagnet which operates partially at least with either the current which is the discharge current from an anode plate to self-self-sustaining cathode, or independent DC, and is reversed periodically, or the current from AC;
- (f) Gap in the anode plate which introduces plasma maintenance gas or working medium;

\*\*\*\* rare \*\*.

[0033]

It will depend and 25-Japanese-apply to Mahoney etc. in July, 1997, and the additional peculiar description, capacity, and the operation gestalt of the hole-current ion source are still explained by the U.S. patent application 08th under connection / No. 901,036.

[0034]

With the useful property of this hole-current ion source, vacuum evaporationo of Si-DLC coating from silicon content and carbon content precursive gas suits well with vacuum evaporationo of DLC coating from the precursive gas containing carbon again. Furthermore, it is thought that it is required for ion beam energy to compound hard [ DLC ] and Si-DLC coating substantially until now, and when reliance is also substantially low, the application brings a result of the unexpected high rate of vacuum evaporationo of DLC which is very hard, and Si-DLC coating. The average ion energy of the range of about 40 to 100eV can become [ the ion beam DLC which has the degree-of-hardness value of the range of 40GPa(s) from about 10 by using this hole current ion source, and Si-DLC coating ] possible at the rate of vacuum evaporationo of the range of 200A from per [ 5 / about ] second.

[0035]

It is mixed with the inert gas containing an argon, neon, helium, a xenon, kryptons, and these compounds although it is the shape of a linear like methane, ethane, ethylene, a butadiene, acetylene, a hexane, and a cyclohexane, and a cycle-like hydrocarbon compound although a precursive gas mixture object consists of a carbon content compound and this mixture does not limit to this for vacuum evaporationo of DLC coating by the approach of this invention, and not limited to this. Furthermore, although it does not limit to this in order to modify the property of a DLC film, the reactant gas containing hydrogen, nitrogen, a nitrogen content compound, fluorine content compounds, and these compounds is added to ion source distributed gas.

[0036]

In order to vapor-deposit Si-DLC coating by the approach of this invention, precursive distributed gas mixture is made from silicon content and a carbon content compound. Although these compounds are not limited to this, a silane compound like a silane and a disilane, And methylsilane, dimethylsilane, a trimethyl silane, a tetramethylsilane (TMS), Although these are not limited to this including an organic silane compound like dimethylsilane (DES) It is mixed with the hydrocarbon compound containing methane, ethane, ethylene, butane, a butadiene, a hexane, cyclohexanes, those mixture and an argon, helium, a xenon, KIPUTON, and inert gas like such mixture. Furthermore, although not limited to this, the reactant gas containing hydrogen, a nitrogen \*\*\*\* nitrogen content compound, fluorine content compounds, or such mixture corrects the property of Si-DLC coating which was added to the precursive gas stream and vapor-deposited. It is the important description to offer the silicon doping level under Si-DLC coating which silicon content precursive gas needs for obtaining the adhesive property which was introduced in the source of an ion beam and was excellent in Si-DLC coating of this invention, and the tribology-engine performance.

[0037]

Next, application to vacuum evaporationo of the high rate of DLC of a high degree of hardness and Si-DLC coating is explained in the hole-current ion source. Drawing 2 shows the menopause way hole-current ion source 100 accompanied by the same nominal anode plate diameter of 7.6cm as what was shown in drawing 1 . In drawing 2 , the ion source is attached and shown in the vacuum chamber 110. An attachment member can be made in the technique concerned with a well-known conventional vacuum flange or other well-known conventional attachment means (illustration abbreviation). The ion source 100 can be attached from the interior in the technique concerned again using a well-known attachment means in a vacuum chamber (illustration abbreviation). Pump omission of the vacuum chamber 110 is carried out to low voltage from a pump 112 at less than 10 mTorr. The ion source is turned to the substrate 120 which was supported by process FIKUCHA 122 or was attached. Although not limited to this, plasma maintenance gas like the inert gas containing an argon, a krypton, and a xenon is introduced into the anode plate discharge field 70 through an anode plate 124. The precursive gas for vacuum evaporationo of DLC or Si-DLC is separately introduced near the opening edge of an anode plate discharge field through a gas manifold, or one or the nozzle 130 beyond it together with plasma maintenance gas through an anode plate. The electromagnet 140 of the hole-current ion source is the anode current IA from the power source 142 which supplies power to the self-self-sustaining cathode 143. Or it drives completely partially according to AC which became independent in order to form a field in the anode plate discharge field 70, as shown in drawing 2 as an option, or the DC current source 144. When AC electromagnet gestalt is used, the anode current and plate voltage are adjusted (modulation), next the beam current and average ion energy are adjusted. Under a general operating condition, rms (root mean square value) anode potential is in the range of 150V from 50, and it is the rms anode current IA. It is in the range of 3 to 15A. Generally the average beam energy by which the time average was carried out from this type of hole-current ion source is 0.6 times from about 0.3 times of the rms value of anode potential (or about 20 to 100eV), and, generally the time average sum total beam current is 0.4 times from about 0.1 times of the anode plate discharge current IA (from about 0.3A to or 7A).

[0038]

Furthermore, it may be used for the hole-current ion source exceeding one coating vacuum evaporationo. Drawing 3 has the same description as the thing of drawing 1 , and shows the two

hole-current ion sources 200 and 202 arranged in order to process the both-sides section of half-finished products 210. In this case, the hole-current ion source receives power independently by power sources 220 and 222, and has the self-self-sustaining cathode 230 and 232 of itself respectively. Furthermore, the electromagnets 240 and 242 of each ion source are driven by the separate AC power sources 244 and 246. It is advantageous to this bilateral type voice especially processing thru/or coating coincidence with a substrate thru/or the both sides of FIKUCHA 210. As an example of the profitableness of this gestalt, the coincidence DLC to the both sides of a magnetic disk and vacuum evaporationo of Si-DLC are raised.

[0039]

In the applicability of this invention, a substrate needs to consist of a metal, a semi-conductor, a ceramic, glass, polymers, or these things that were combined, may include the adhesion strengthening interlayer for DLC or Si-DLC coating, and does not need to include him. This kind of layer can be vapor-deposited with the conventional substitution means to the inside of a vacuum chamber, or its exterior to these examples of application in which it asks for a glue line before vacuum evaporationo of hole-current ion source equipment, DLC, or Si-DLC coating.

[0040]

The process of vacuum evaporationo of DLC or Si-DLC coating is mainly controlled by combination of the ampere's turn in spacing of the source of (1), and a substrate and orientation, (2) anode currents, an electrical potential difference or power, (3) electromagnet current, or an electromagnet, (4) plasma maintenance gas stream, (5) precursive gas combination, and (6) precursive quantity of gas flow. Generally, the anode current and plate voltage have not been independent when the conventional hollow cathode electron source is used. However, the anode current and anode potential can be made to separate by using the hollow cathode electron source promoted with an elevated-temperature filament which was indicated by the FEDO sheave etc. It can be used for the electron emission from this type of cathode controlling plate voltage (power) by fixed anode current setting independently by controlling the impregnation to the anode plate discharge field of the cathode electron to the rate of charged particle generating in an anode plate discharge field.

[0041]

[Example]

This example following below illustrates the process for vacuum evaporationo of DLC and Si-DLC using the hole current ion source of this invention. These examples do not limit a claim only for the purpose of instantiation.

[0042]

The following operating conditions were set up in example A-E, or measurement was performed.

- (a) The hole current ion source similar to what was drawn on drawing 2 was fully dipped in the interior of the high vacuum vacuum evaporationo chamber using a diffusion pump.
- (b) The substrate and metallic disk like a silicon wafer were put on a predetermined distance from the field of the ion source on a rotation plate or a fuselage so that it is rotated and carried in into an ion beam, predetermined carried out period quiescence and it was placed, and they might rotate and might subsequently be taken out from an ion beam. During vacuum evaporationo, to the shaft of the ion source, the sample side was perpendicular, and doubled the core and has been arranged.
- (c) Before the vacuum chamber started the vacuum evaporationo process, it was exhausted by the pressure of less than 10 to 5 Torrs.
- (d) The hollow cathode of the ion source was started and it was adjusted by the steady operation condition with the argon of about 15 sccm(s), and the about 1 to 3A keeper anticathode current.
- (e) Gas was introduced into the ion source, and in order to perform PURIKURININGU on the front face of a sample (argon gas is used), the vacuum evaporationo between layers, DLC vacuum evaporationo, Si-DLC vacuum evaporationo, or its combination, ion source anode plate discharge was started.
- (f) At the time of completion of vacuum evaporationo, anode plate discharge and hollow cathode discharge stopped, the vacuum chamber pressure rose to the atmospheric pressure, and DLC or the samples by which Si-DLC coating was carried out were collected.

[0043]

The thickness and the amount of vacuum evaporationo of DLC and Si-DLC coating were determined

from the split-face measurement measurement carried out with a TencorP-10 split-face plan. Stress measurement was determined by the Frontier Semiconductor Measurements FSM 8800 membrane-stress measurement machine from the film on Si stress wafer with a diameter of 100mm. Measurement of a nano indentation degree of hardness was performed by Nano Instruments Inc.Nanoindenter II about DLC and Si-DLC coating of larger thickness than about 2500A.

[0044]

Example A It was used in order that the hole current ion source similar to what is shown in drawing 1 for the usual anode plate gap diameter of 7.6cm might vapor-deposit DLC coating. The electric power supply of the electromagnet of the ion source is carried out by the anode plate discharge current. About each examined process conditions, the silicon wafer substrate with a diameter of 100mm was put on the location of 18cm from the ion source side. In front of \*\*\*\*\* before being rotated and carried in into the beam of the vacuum evaporationo ion source, spatter washing of the Si sample front face was carried out using the beam of the argon ion generated by the secondary ion source.

[0045]

DLC coating was vapor-deposited by operating the ion source with an argon and methane. Argon plasma maintenance gas was introduced through the anode plate gap of the ion source by the flow rate of about 20 to 40sccm(s). Methane precursive gas was introduced by the full flow of about 60 to 100sccm(s), and was equally distributed to the surroundings of the outer diameter of an anode plate discharge field through the metal nozzle of four 0.64cm outer diameters arranged symmetrically in about 1cm place from the field of the ion source.

[0046]

Vaccum pressure is in the range of 0.4 to 0.8mTorr(s) between DLC vacuum evaporationo processes, and the anode current is in the range of about 7 to 9A, and plate voltage is about 120 to 150 volts. The amount of average vacuum evaporationo about DLC coating was \*\*\*\*(ed) [ that it is the range of per second 14 to 20A, and ] by split-face measurement measurement. The compressive stress and the nano indentation degree of hardness of DLC coating were the range of about 12 to about 1 to  $1.5 \times 10^{10}$  dynes/cm<sup>2</sup>, and 14GPa(s), respectively.

[0047]

Example B It was used in order that the same hole current ion source as what was used for Example A might vapor-deposit DLC coating by operating the ion source with an argon and acetylene gas. However, in this example, the electric power supply of the electromagnet of the ion source was carried out by AC power source of supply.

[0048]

It preceded with vacuum evaporationo and the Si-DLC layer of 100 to 200A thickness was vapor-deposited as an interlayer for adhesion strengthening before vacuum evaporationo of high stress DLC coating of 2500 to 5000A thickness. It was vapor-deposited when the film of Si-DLC passed tetramethylsilane precursive gas through a nozzle. About the DLC vacuum evaporationo process, argon plasma maintenance gas was introduced through the anode plate gap of the ion source by the flow rate of 15 to 25sccm(s), and acetylene precursive gas was introduced through the nozzle (plurality) by the full flow of 40 to 80sccm(s).

[0049]

Vaccum pressure is in the range of 0.4 to 0.8mTorr(s) between DLC vacuum evaporationo processes, and effective anode current level is in the range of about 5 to 11A, and plate voltage is about 60 to 100 volts. It was shown by split-face measurement measurement that the range of the amount of average vacuum evaporationo about DLC coating is per second 8 to 23A. The compressive stress and the nano indentation degree of hardness of DLC coating were the range of about 11 to about 0.4 to  $3.8 \times 10^{10}$  dynes/cm<sup>2</sup>, and 22GPa(s), respectively.

[0050]

Example C It was used in order to vapor-deposit DLC coating by operating the ion source for the same hole current ion source configuration as what was used in the Example A with an argon and 1,3-butadiene gas. The electric power supply of the electromagnet of the ion source was carried out by AC power source of supply like Example B.

[0051]

Moreover, the Si-DLC layer of 100 to 200A thickness was vapor-deposited as an interlayer for adhesion strengthening before vacuum evaporationo of high stress DLC coating like Example B. About the DLC vacuum evaporationo process, argon plasma maintenance gas was introduced through the anode plate gap of the ion source by the flow rate of 15 to 25sccm(s), and butadiene precursive gas was introduced through the nozzle (plurality) by the full flow of 30 to 60sccm(s). [0052]

Vaccum pressure is in the range of 0.4 to 0.8mTorr(s) between DLC vacuum evaporationo processes, and effective anode current level is in the range of about 5 to 11A, and plate voltage is about 60 to 100 volts. Split-face measurement measurement showed that the range of the amount of average vacuum evaporationo about DLC coating was per second 10 to 19A. The compressive stress and the nano indentation degree of hardness of DLC coating were the range of about 10 to about 0.7 to  $2.7 \times 10^{10}$  dynes/cm<sup>2</sup>, and 18GPa(s), respectively.

[0053]

Example D It was used in order that the same hole current ion source as what was used for Example B might vapor-deposit DLC coating by operating the ion source with an argon and acetylene gas. However, in this example, Si wafer substrate was positioned by the distance of about 10cm and about 18cm from the field of the ion source.

[0054]

About the DLC vacuum evaporationo process, argon plasma maintenance gas was introduced through the anode plate gap of the ion source by the flow rate of 50sccm(s), and acetylene precursive gas was introduced through the nozzle by the full flow of 10 to 80sccm(s).

[0055]

Vaccum pressure is in the range of 0.5 to 0.7mTorr(s) between DLC vacuum evaporationo processes, and effective anode current level is in the range of about 10 to 12A, and plate voltage is about 60 to 100 volts. It carried out [ \*\* ] by split-face measurement measurement of the range of the amount of average vacuum evaporationo about DLC coating being per second 13 to 120A. The compressive stress and the nano indentation degree of hardness of DLC coating were the range of about 2 to about 0.3 to  $4.5 \times 10^{10}$  dynes/cm<sup>2</sup>, and 25GPa(s), respectively.

[0056]

The amount of DLC vacuum evaporationo and nano indentation degree of hardness as a function of the acetylene precursive quantity of gas flow (10 to 80sccm(s)) to the distance between the anode currents and 10cm ion source pair substrates (10A and 12A) are expressed to drawing 4 and drawing 5, respectively.

[0057]

Example E This example illustrates vacuum evaporationo of a Si-DLC layer using the hole current ion source. In this example, the Si-DLC ingredient was used as an interlayer for adhesion strengthening between a substrate and the up coating layer of DLC. This multilayer coating tip process shows that thick DLC coating of a high adhesive property is obtained using the hole current ion source, and that DLC coating has the compressive stress of the range of about  $1 \times 10^{10}$  to  $4 \times 10^{10}$  dynes/cm<sup>2</sup>.

[0058]

It was used in order that the same hole current ion source as what was used for Example A might vapor-deposit Si-DLC and DLC coating by operating the ion source with an argon, a tetramethylsilane (TMS), and acetylene gas. Argon plasma maintenance gas was introduced through the anode plate gap of the vacuum evaporationo ion source during coating vacuum evaporationo, and precursive gas (TMS and acetylene) was introduced through the nozzle, as shown in Example A. The electric power supply of the electromagnet of the ion source was carried out by AC power source of supply. About each examined process conditions, the silicon wafer substrate with a diameter of 100mm was put on the location of 18cm from the ion source side. Before vacuum evaporationo, before Si sample front face was rotated and carried in into the beam of the vacuum evaporationo ion source, spatter washing of it was carried out by the secondary ion source.

[0059]

Since three coating layers included multilayer DLC coating, it was vapor-deposited. (1) The up coating layer of between the second Si-DLC coating layers which have the low atom concentration

of (2) Si between the first Si-DLC coating layers with the highest atom concentration of Si, and (3) DLC. A certain coating was tried without the Si-DLC adhesion layer, namely, the step (3) was carried out.

[0060]

The flow rate of the TMS precursive gas which the flow rate of the argon plasma maintenance gas passing through an anode plate is 18sccm(s), and passes along a nozzle about the first Si-DLC coating layer was 7sccm(s). Vacuum chamber pressures were about 0.3 mTorr(s), and the range of the effective anode current was 9 to 11A, and the range of effective plate voltage was about 80 to 90 volts. The vacuum evaporationo time amount about the first pass of Si-DLC was about 30 seconds.

[0061]

About the second Si-DLC coating layer, the flow rate of the argon plasma maintenance gas passing through an anode plate is 18sccm(s), and precursive gas supply consisted of flow rate 60sccm of the flow rate 7sccm plus acetylene of TMS. The vacuum chamber pressures were 0.7mTorr(s), and the range of the effective anode current was 9 to 11A, and the range of effective plate voltage was about 70 to 80 volts. The vacuum evaporationo time amount about the first pass of Si-DLC was about 15 seconds.

[0062]

The flow rate of the argon plasma maintenance gas which passes along an anode plate about a DLC up layer was 18sccm(s), and precursive gas supply was 60sccm(s) of acetylene. Vacuum chamber pressures were about 0.4 mTorr(s), and the range of the effective anode current was 9 to 11A, and the range of effective plate voltage was about 80 to 90 volts. The vacuum evaporationo time amount about the first pass of Si-DLC was about 140 seconds.

[0063]

The step (3) was prepared, namely, DLC coating without between Si-DLC layers did not adhere well to the silicon substrate so that it might be shown by a tape tension desiccation adhesion trial and isopropyl alcohol wiping trial. the fact -- before the area of coating of these removed the sample from the vacuum chamber, it was begun to delaminate it However, all coatings therefore prepared by (3) from the step (1) passed the tape tension about adhesion, and an isopropyl alcohol wiping trial. In split-face measurement measurement, the range of the amount of average vacuum evaporationo of compound DLC coating was per second 12 to 18A.

[0064]

Example F This example shows vacuum evaporationo of the monolayer of Si-DLC which uses the hole current ion source. In this case, the property required of coating is given only by Si-DLC coating, needing vacuum evaporationo of the up layer of DLC. It was used in order that the same hole current ion source as what is used for Example B might vapor-deposit Si-DLC coating by operating the ion source with an argon and TMS gas. However, in this example, Si wafer substrate with a diameter of 100mm was positioned by the distance of about 10cm from the field of the ion source.

[0065]

Before vacuum evaporationo, spatter washing of the Si sample front face was carried out in the hole current ion source operated only based on argon gas by the argon ion beam etching which uses the vacuum evaporationo ion source.

[0066]

About the Si-DLC vacuum evaporationo process, argon plasma maintenance gas was introduced through the anode plate gap of the ion source by the flow rate of 50sccm, and TMS precursive gas was introduced through the nozzle by the full flow of 7sccm(s). Vacuum chamber pressures were about 0.5 mTorr(s), the effective anode current was in the range of about 7 to 10A, and the range of this effective plate voltage was about 50 to 75 volts. The vacuum evaporationo time amount about Si-DLC coating was the range for about 240 to 300 seconds.

[0067]

As for split-face measurement measurement of Si-DLC coating, the amount of average vacuum evaporationo showed the coating thickness of the range of 1900 to 2100A in per second 12 to 16A. The compressive stress and the nano indentation degree of hardness of Si-DLC coating were the range of about 17 to about 2.0 to  $2.3 \times 10^{10}$  dynes/cm<sup>2</sup>, and 18GPa(s) about the studied conditions,

respectively.

[0068]

Example G-K expresses a series of experimental results used in order to generate DLC coating for application to the magnetic hard disk with which the closing drift hole current ion source of this invention is used for magnetic data storage. It means that these examples can vapor-deposit very thin protection DLC coating in which the process of this invention has the tribology-property which stood high on the front face of a magnetic hard disk.

[0069]

Example L proves the example which uses the closing drift hole current ion source of this invention and which generates DLC coating of a high degree of hardness very much.

[0070]

Example M proves another example of this invention used in order that the non-closed down drift hole current ion source of this invention which has the anode plate channel of a rectangle cross section may vapor-deposit DLC coating. This ion source configuration is suitable for vacuum evaporationo of DLC coating on the magnetic hard disk in the big in-line vacuum evaporationo system by which the big pallet of a disk passes through the front face of the ion source continuously in it. The ion source is suitable also for vacuum evaporationo of DLC to a plastics, glass, metal, or large area substrate top like other big substrates, and Si-DLC.

[0071]

An example shows that the process of this invention can vapor-deposit DLC coating on a magnetic hard disk further in the amount of high vacuum evaporationo which is suitable for mass production in the two modes. Coating of the substrate is carried out in the "pass motorcycle vacuum evaporationo mode" shown in Example I, passing continuously the carbon content plasma ion beam generated by operating the hole current ion source suceedingly. Or in the so-called "pulse type \*\*\*\*\* mode" shown in Examples H and J, while sequential migration of them is carried out in the front face of the ion source, coating of each substrate is carried out one [ at a time ]. After, as for vacuum evaporationo flux, a substrate is positioned at the front face of the ion source in this pulse type \*\*\*\*\* mode, pulse starting is carried out, a pulse halt is carried out after vacuum evaporationo of the suitable thickness of DLC coating, and, subsequently a substrate is removed from a DLC vacuum evaporationo zone.

[0072]

Since the process of this invention about use of the ion source and vacuum evaporationo of DLC in the so-called "\*\*\*\*" single disk processing system for magnetic hard disk manufacture and Si-DLC coating of actuation in this pulse-sized mode becomes possible by that cause, it is industrially important. This DLC and the pulse-sized vacuum evaporationo mode for Si-DLC could be used for other important industrial thin-film-processing facilities like the cluster tool for wafer processing in electronics industry.

[0073]

In Examples G, H, I, and J, the precursive gas stream was introduced into the plasma beam in the front face of the ion source through the nozzle made from a metallic conduit. Three nozzle configurations were used in the experiment. With the first nozzle configuration, four nozzle tubing which was turned to the flat surface parallel to the field of the ion source, and was turned to the about 0.25 inch lower stream of a river was used. The nozzle received mutually, was turned to 90 degrees, and was turned to the radial inside toward the core of the ion source. the edge of each nozzle was boiled and positioned from the outer diameter of an annular anode plate channel at the place of about 0.25 inches. This location is described as a "IN" location in the following data table 1-4. The second nozzle configuration was the same as the first nozzle configuration except for the point that each nozzle edge was positioned by about 1 inch from the outer diameter of an annular anode plate channel. The following data table 1-5 is describing this location as a "OUT" location. The third nozzle configuration was the same as that of the first except for the point turned so that a nozzle might cross a discharge zone in the direction which meets the tangent to the circle describing the core of an annular anode plate and might emit the flow of precursive gas to it. Table 1 is describing this location as a "SIDE" location. all an experiment of these -- setting -- a hydrocarbon precursive gas stream -- between each of four nozzles -- it is -- etc. -- it spreads -- it was divided.

[0074]

Before a vacuum chamber started a DLC vacuum evaporationo process, it was reduced by abbreviation 1x10-5Torr with the pump.

[0075]

With the magnitude of available pump capacity, and the desirable amount of vacuum evaporationo, the precursive gas stream of the range of about 2 to about 500 sccm(s) can be used with the ion source of Example B. A higher precursive gas stream increases the background pressure in a vacuum evaporationo chamber. According to bigger pump capacity, it becomes usable [ a bigger gas stream ], maintaining total pressure under to the desirable maximum pressure of about 10mm Torr.

[0076]

Argon plasma maintenance gas was supplied through the ion source about all vacuum evaporationo processes. The sum total of an argon style and a hydrocarbon precursive gas stream was determined as it is required to exceed about 35 sccm(s) for the optimal actuation of the specific ion source used for Examples G, H, I, and J. This minimum style is dependent on the background pressure controlled by the ion source operation parameter and pump capacity.

[0077]

The vacuum chamber pressure under DLC vacuum evaporationo was measured with the capacitance pressure gage. When the ion source plasma is intercepted, about 5mm Torr is high and, as for the indicated pressure force shown in the data table 1-4, shows the remarkable consumption of hydrocarbon precursive gas according to a vacuum evaporationo process. Although the vacuum evaporationo chamber used for the experiment has the capacity to extract the rate of a high vacuum pump and is whenever [ same gas flow rate ], the comparison of the result obtained by different chamber pressure is enabled.

[0078]

The vacuum evaporationo trial was performed using the anode current (ion source plasma discharge current) with the range smaller than all the operating range of the ion source. As for the anode plate power source of supply, plate voltage operated by the current control mode which is stabilized to the value demanded in order to attain a desirable anode current setup automatically. The plate voltage obtained about a specific anode current setup was the function of the field of a quantity of gas flow, a chamber pressure, a nozzle location, and the plasma field of the ion source and the geometry of the ion source, a substrate, and a vacuum chamber.

[0079]

Induction of the field inside the ion source is carried out by the electromagnet operated by independent 60HzAC current source of supply.

[0080]

Examples G, H, I, and J used the following range of the process parameter for vacuum evaporationo of DLC coating.

(a) five -- from -- 12 -- A -- the anode current -- ( -- b -- ) -- 51 -- from -- 97 -- a volt -- plate voltage -- ( -- c -- ) -- 0.29 -- from -- 1.43 -- mm -- Torr -- a chamber -- a pressure -- ( -- d -- ) -- 0.8 -- from -- ten -- A -- an electromagnet -- a current -- ( -- e -- ) -- 16 -- from -- 260 -- a gauss -- a field -- ( -- f -- ) -- 20 -- from -- 60 -- sccm(s) -- a hydrocarbon -- precursive -- a quantity of gas flow -- ( -- g -- ) -- 11 -- from -- 140 -- sccm(s) -- an argon -- the plasma -- maintenance -- a quantity of gas flow -- ( -- h -- ) -- four -- from -- 14 -- an inch -- the ion source -- a front face -- a substrate -- between -- distance .

It should note that the range of the processing parameter used for these examples is smaller than all the operating ranges of the hole current ion source of this invention.

[0081]

The range of the thickness with ion beam vacuum evaporationo DLC coating desirable about actual use with high density magnetic storage is about 20 to 100A. However, the thickness of DLC coating on a magnetic disk was often thickly made by even about 800A, maintaining good adhesion of DLC coating in a magnetic-disk substrate, in order to make characterization of the Raman spectroscopy of a DLC ingredient easy. DLC coating which has the thickness to 7100A was vapor-deposited on the silicon wafer for measurement of a mechanical property like compressive stress and a nano indentation degree of hardness.

[0082]

In Examples G and H, vapor-deposited DLC coating was characterized according to the Raman G peak location exceeding the nano indentation degree of hardness exceeding 10GPa(s), the compressive stress exceeding 0.5GPa, and 1500cm<sup>-1</sup>, and the Raman background (luminescence) inclination exceeding 1 generally.

[0083]

In Examples I, J, and K, thin DLC coating on a magnetic disk was examined about the tribology-engine performance using the industrial standard contact start stop (CSS) trial. The film of lubricant was attached to the disk front face by which the DLC coat was carried out before the CSS trial. The CSS test condition of two types was adopted. The first test condition used 50% of ambient conditions from 25 degrees C from the room temperature of about 20 degrees C, and 30% of relative humidity. The conditions of 55 degrees C known, i.e., the temperature which rose, and 5% of relative humidity were used for being very cruel about CSS trial magnetron sputtering carbon coating of the second type. Coefficient of friction of DLC coating was measured before and after each trial.

[0084]

Industrial standard magnetron sputtering carbon coating of the thickness of the range of about 50A going wrong in ambient conditions under at a 10,000 times CSS cycle generally, and never continuing exceeding a CSS cycle in ambient conditions 20,000 times is recognized widely.

Moreover, it is recognized that the engine performance of industrial standard magnetron sputtering carbon coating is also far bad under the CSS test condition of the temperature which rose rather than the bottom of a perimeter CSS test condition, and the reduced relative humidity.

[0085]

based on the known engine performance of magnetron sputtering carbon coating, 50A thickness ion beam DLC coating exceeds far a 20,000 times CSS cycle and the thing which passes a CSS cycle 10,000 times in the temperature which rose, and the reduced relative humidity and which will have been attained with spatter carbon if it becomes in ambient conditions -- or it does not expect -- \*\* -- the thing for which the remarkable engine performance is verified that it would come out was determined. therefore, the CSS trial about ion beam DLC coating -- the time of failure -- or it sets up so that it may stop in ambient conditions at the time of a 20,000 times CSS trial cycle -- having -- and the time of failure -- or it was set up so that it might stop in the temperature and the low humidity conditions of having gone up, at the time of a 10,000 times CSS trial cycle.

[0086]

Example G DLC coating was vapor-deposited on the silicon wafer and the magnetic hard disk by the hole current ion source of Example B as hydrocarbon precursive gas using acetylene or 1,3-butadiene. The matrix of vacuum evaporationo enforcement was designed in order to inspect the effectiveness of an ion source process parameter over the DLC material property acquired. The thickness of DLC coating was chosen so that it might be the range of about 2700 to the optimal 7100A for characterization of a mechanical property like compressive stress and a nano indentation degree of hardness.

[0087]

In these experiments, the substrate to 12 containing a silicon wafer with a diameter of 4 inches and a magnetic hard disk with a diameter of 95mm was carried in the pivotable fastener of the vacuum chamber inside. The front face of a magnetic-disk substrate was a magnetic-recording alloy with which carbon coating is not performed. The coat of each substrate was separately carried out on specific vacuum evaporationo conditions.

[0088]

In the adjustment position which does not have a substrate in the front face of the ion source, the ion source plasma was first stabilized by actuation only by argon gas plasma maintenance gas for several minutes. Subsequently, the first substrate was moved to the front location of the ion source, and for about 10 seconds to 20 seconds, in order to carry out sputtering etch of the front face, it was exposed to the argon ion beam. Subsequently, hydrocarbon precursive gas was added and the ion source parameter was adjusted by desirable setup for vacuum evaporationo of DLC. In order to attain the value of the last thickness subsequently to Tables 1 and 2 shown, crossing a DLC vacuum evaporationo process to the time amount for 20 minutes was continued from 15 seconds.

[0089]

After completion of the DLC vacuum evaporationo about the first substrate, while the ion beam had remained the substrate, precursive gas is still flowing, namely, in the condition that the ion source has still vapor-deposited DLC It rotated and took out besides the ion beam (when an ion beam has a substrate in the front face of the ion source, it is never started or stopped, namely, it should note that a substrate is continuously put to an ion beam when it is in the front face of the ion source).

Subsequently, the precursive gas stream was intercepted, and reestablishment of the argon ion beam was carried out, without intercepting the ion source plasma. Subsequently, the following substrate was rotated and carried in into the argon ion beam, and sputter etching and said process step for DLC vacuum evaporationo were repeated.

[0090]

The result of the DLC vacuum evaporationo enforcement by 1,3-butadiene precursive gas and acetylene precursive gas is summarized in the following table 2, respectively. All DLC coatings of Tables 1 and 2 were vapor-deposited on the silicon wafer substrate except for enforcement #396-8 (Table 1) whose a substrate is a magnetic disk.

[0091]

The process of this invention that the result of Table 1 uses 1,3-butadiene precursive gas is the amount of vacuum evaporationo to 47A/s at least, and can vapor-deposit DLC coating by the degree of hardness to 22.5GPa(s) at least. The process of this invention of using acetylene precursive gas is the amount of vacuum evaporationo to 35A/s at least, and the result of Table 2 shows that DLC coating can be vapor-deposited by the degree of hardness to 26.6GPa(s) at least. The amount of vacuum evaporationo will become still larger, if the distance between the ion source and a substrate is reduced further or the hydrocarbon precursive gas of more flow rates is used (refer to drawing 4 ). Since the attained amount of vacuum evaporationo was enough to produce coating of a magnetic disk, about more amounts of vacuum evaporationo, it was not investigated by the trial matrix of Table 1.

[0092]

[Table 1]

表1

Run	A(0)	A(V)	Pres.	Mo	Bld.	HC	Sig.	Ar	Dist.	Thk.	GPa	Slope	Stress	Hard.	Rate
395-8*	10	58	1.43	2	40	30	OUT	23	7	304	1511	22.8	—	—	—
361-5	10	72	0.37	0.8	16	30	OUT	25	7	3215	1558	1.2	2.8	19.8	18
364-3	10	86	0.44	4	80	30	OUT	40	7	3755	1583	-0.8	3.5	22.5	21
364-5	10	97	0.43	4	80	30	OUT	35	7	3650	1578	-0.6	3.1	22.2	21
368-10	10	73	0.49	4	80	60	IN	25	7	7100	1539	2.3	2.0	17.6	47
393-6	10	83	1.18	4	80	30	IN	11	7	3900	1528	3.7	1.9	16.1	26
393-10	12	81	0.79	4	80	30	IN	25	7	5000	1541	2.7	1.8	11.9	33
394-10	10	51	1.40	2	40	30	OUT	50	7	2700	1519	5.9	1.4	12.8	19
395-2	10	61	1.43	4	80	30	OUT	50	7	4000	1534	3.2	1.8	14.3	22

[0093]  
[Table 2]

表2

Run	A(I)	A(V)	Pres.	M(I)	B fld.	HC	Cnfg.	Ar	Dist.	Thk.	Gpk.	Slope	Stress	Hard	Rate
402-2	10	80	0.29	2	40	40	N	15	7	3800	1546	0.15	4.6	24.6	11
404-10	5	84	1.07	5	100	40	N	15	7	3600	1532	0.86	1.8	16.7	15
411-2	8	86	1.04	6	120	40	N	15	4	4500	1547	0.7	0.8	12.5	21
414-10	8	87	0.37	6	120	40	SIDE	30	4	3500	1564	1.4	3.9	26.6	35
418-2	8	89	0.90	6	120	20	N	17	7	3900	1544	1.4	3.4	21.2	8
420-8	8	94	1.02	6	120	60	N	17	7	4100	—	—	—	2.6	20.1
424-10	8	87	1.03	10	200	40	N	55	7	4700	—	—	—	3.7	25.1
491-10	12	92	0.65	9	260	20	N	110	14	2700	—	—	—	4.8	25.0
496-2	12	86	0.80	9	260	30	N	140	14	3800	—	—	—	4.8	—
501-2	10	80	0.46	4.5	150	20	N	60	7	1800	—	—	—	6.1	—

[0094]

Notes A about upper lower Tables 3, 4, 5, and 6 [ 1, 2, and ] (I) = anode current (ampere)

A (V) = plate voltage (volt)

M (I) = electromagnet current (ampere)

Pres. = chamber pressure (milli Torr)

B fld. = field (gauss)

HC = hydrocarbon precursor flow rate (sccm)

Ar = argon plasma maintenance quantity of gas flow (sccm)

Cnfg. = nozzle configuration Dist. Distance Thk. between = ion source and a substrate =DLC coating thickness (A)

Gpk. = Raman G peak location (the wave number, cm<sup>-1</sup>)

Slope = Raman luminescence inclination Stress = compressive stress (GPa)

Hard. = nano indentation degree of hardness (GPa)

Rate = the amount of DLC vacuum evaporationo (A/second)

\* = substrate was a magnetic disk.

[0095]

example H although it was used in order that the same ion source as what was used in Example G might vapor-deposit DLC coating, pass the pulse-sized vacuum evaporationo mode in which the carbon content vacuum evaporationo flux between vacuum evaporationo is opened and closed repeatedly -- it came out. Carbon content vacuum evaporationo flux was opened and closed in pulse by either by always carrying out the pulse drive of carrying out the pulse drive of the (i) anode plate power source of supply by the argon plasma maintenance gas and hydrocarbon precursive gas which flow continuously, or the (ii) hydrocarbon precursive gas stream by the plasma maintenance gas which flows continuously, and turning ON an anode plate power source of supply.

[0096]

The vacuum evaporationo enforcement summarized in Table 3 used the following process parameter for vacuum evaporationo of DLC coating.

(a) six -- A -- an electromagnet -- a current -- ( -- b -- ) -- 120 -- a gauss -- a field -- ( -- c -- ) -- IN -- a location -- it can set -- a nozzle -- a configuration -- ( -- d -- ) -- a hydrocarbon -- precursive -- gas -- \*\*\*\*\* -- acetylene -- ( -- e -- ) -- five -- a second -- between -- a pulse ---like -- close -- carrying out - - subsequently -- five -- a second -- between -- a pulse ---like -- off -- carrying out -- vacuum evaporationo -- ( -- f -- ) -- seven -- an inch -- the ion source -- a substrate -- between -- distance .

[0097]

For the vacuum evaporationo enforcement on a silicon wafer substrate, thickness of DLC coating was made into the range of about 3500 to 6100A, and characterization of a mechanical property like compressive stress and a nano indentation degree of hardness was made possible. The range of the thickness of DLC coating in the vacuum evaporationo enforcement on a magnetic-disk wafer was about 400 to 800A, and it was chosen for the ease of Raman spectroscopy characterization of a DLC ingredient, maintaining good adhesion of DLC coating in a magnetic-disk substrate.

[0098]

With reference to following Table 3, except for process time amount, since the ingredient-property of DLC in the enforcement 416-8 on a disk substrate was the same, enforcement conditions are presumed to be the same as them of the enforcement 416-6 on a silicon wafer substrate for it. Furthermore, except for process time amount, since the material property of DLC in the enforcement 416-12 on a disk substrate was the same, enforcement conditions are presumed to be the same as them of the enforcement 416-10 on a silicon wafer substrate for it. However, since the vacuum evaporationo time amount on a silicon substrate became long to the vacuum evaporationo time amount about a magnetic-disk substrate, it is pointed out that wafer substrate temperature will become probably more high, and that will result in change of the some of a material property.

[0099]

[Table 3]

表3

Run	Sub	A(D)	A(V)	Pres.	HC	Ar	Thk.	GPK	Slope	Stress	Hard.	Rate
418-6	Si	8,P	92	0.9	20	17	5900	1541	1.3	3.2	20.8	12
418-10	Si	8	90	0.9	20,P	17	3800	1554	1.6	3.6	22.5	8
416-6	Si	8,P	88	1.0	40	20	6100	1535	1.2	2.3	18.4	25
416-8	disk	8,P	86	1.0	40	20	759	—	—	—	—	—
416-10	Si	8	86	0.99	40,P	20	3500	1548	1.5	3.2	21.8	15
416-12	disk	8	—	0.99	40,P	20	442	—	—	—	—	—

Additional notes for Table 3:

## 表3に対する追加の注:

- Sub = 基板のタイプ  
P = パラメーターはパルス的に開閉した。

## [0100]

Generating DLC coating equipped with a remarkable property [ like a degree of hardness and the amount of high vacuum evaporationo ] whose law is which pulse-izes vacuum evaporationo flux was both discovered so that it might be shown by the result expressed to Table 3. Although the easiest approach for actuation of the ion source in the pulse-sized vacuum evaporationo mode for disk coatings is generally because hydrocarbon precursive gas is pulse-ized, it is possible also by pulse-izing an anode plate (plasma) power source of supply. When the ion source of this invention was in the range where especially a vacuum chamber pressure is larger than about 0.8mm Torr or it, it was found out that change of the discharge conditions in pulse-sized precursive gas mode operates it in the minimum mode stabilized very much. Pulse-izing precursive gas tends to generate harder DLC coating again rather than it pulse-izes a plasma power source of supply. About the vacuum evaporationo approach generally described by Example G and Example H, the DLC degree of hardness generated by the pulse-sized anode current approach was partly lower than what is obtained by consecutive operation, and it was partly found out rather than that from which the DLC degree of hardness generated by the pulse-sized precursive gas approach is obtained by consecutive operation that it is high. Refer to the enforcement 418-2 of Table 2, the enforcement 418-6 of Table 3, and 418-10 by reference.

## [0101]

Example I DLC coating of the thickness of the range of about 50 to 70A was vapor-deposited on the magnetic hard disk with a diameter of 95mm in pass motorcycle vacuum evaporationo mode using the substrate installation configuration of the ion source and Example G. The substrate was prepared

except for being intercepted before processing applies standard magnetron sputtering carbon finishing according to the manufacture process of the criterion used in order to manufacture the hard disk for commerce.

[0102]

The multiplex magnetic disk was attached on the rotation fastener, and the coat was carried out by DLC in pass BAIMODO through the following treatment. In the adjustment position which does not have a substrate in the front face of the ion source, the ion source plasma and an ion beam were first stabilized by actuation only by argon gas plasma maintenance gas. Subsequently, rotation of a fastener was started, and the disk passed the ion source and was moved continuously. If the predetermined count ion source is passed in order to complete the sputter etching process for removing the contaminant of the front face where each disk once remains, and activating a front face, as the adjustment position which does not contain a disk substrate is above the ion source, rotation will stop. Subsequently, hydrocarbon precursive gas is introduced in the ion source, and an ion source parameter is stabilized. Once an ion source parameter is stable, rotation of a substrate fastener will be resumed and a disk substrate will receive DLC coating. Desirable DLC thickness is obtained by passing the ion source a circled part of the count of predetermined, and rotating a substrate.

[0103]

The DLC vacuum evaporation enforcement summarized in following Table 4 used 1,3-butadiene as hydrocarbon precursive gas. The distance between the ion source and a disk substrate was 7 inches.

[0104]

The disk received the treatment step after standard vacuum evaporation of \*\*\*\*\* and rubbing after application of DLC coating. The selected disk was examined in order to verify the engine performance of these super-thin DLC coatings of this invention. All the disks by which the coat was carried out by each of the enforcement summarized in the following table 4 passed CSS 10,000 times under the temperature, for example, 55 degrees C, which rose in 20,000 times CSS in ambient conditions, and a list, and low humidity, for example, 5% of severe condition, and showed the remarkable engine performance. The engine performance of these disks in which the coat of the about 50 to 70A DLC was therefore carried out was very excellent to what is obtained by magnetron sputtering carbon finishing. [ by the process of this invention ] Moreover, although the heterogeneity of the thickness of these DLC coatings was better than \*\*5% or it, this is very excellent, and agreed on the criteria for protection finishing on a magnetic hard disk, or is over it.

[0105]

[Table 4]

表4

Run	AO	AV	Pres.	MD	B fld.	HC	Cfg.	Ar	Thk.	Unif.
356	10	64	0.50	3	60	30	OUT	50	49	3.7
357	10	71	0.51	4	80	30	OUT	50	58	5.6
358	10	57	0.52	2	40	30	OUT	50	48	2.9
359	10	56	0.51	2	40	30	OUT	50	52	4.3
379	10	58	0.50	2	40	30	OUT	50	52	3
380	10	58	0.50	2	40	30	OUT	50	66	3
382	10	83	0.38	4	80	30	IN	25	47	5
383	10	84	0.38	4	80	30	IN	25	68	5
385	10	75	—	4	80	60	IN	25	51	5
386	10	74	0.50	4	80	60	IN	25	71	4
389	7	80	0.37	4	80	30	IN	25	47	5
390	7	80	0.36	4	80	80	IN	30	66	5

表4に対する追加の注：

Unif. = 基板の外径と、外径から 2 インチ半径方向内側との  
間の基板表面の区域を横切る厚みの不均一性 ( $\pm\%$ )。  
報告された値はシリコンウェーファの調整施行で測定された。

#### [0106]

Example J Although DLC coating of the thickness of the range of about 50 to 70A was vapor-deposited on the magnetic hard disk with a diameter of 95mm described by Example I, vacuum evaporationo was performed in pulse-sized quiescence mode.

#### [0107]

Although there was a disk which lapped with a large number carried on the fastener in each enforcement, the coat of each disk under each enforcement was carried out one by one in the pulse-sized mode. Two different processes in the pulse-sized mode were examined.

#### [0108]

In the first pulse-sized mode process (the enforcement 426, 428, and 431 of following Table 5, 433 reference), it was driven and stopped by DLC vacuum evaporationo only by pulse-izing a precursive gas stream with the condition that the ion source is operating with argon plasma maintenance gas. In the adjustment position which does not have a substrate in the front face of the ion source, the ion source plasma and an ion beam were first stabilized by actuation only by argon gas plasma maintenance gas. Subsequently, the disk substrate rotated in the location of the front face of the ion

source. Next, hydrocarbon precursive gas was pulse-sized and it changed only sufficient time amount to vapor-deposit DLC coating by the target thickness for 50A to 70A into the condition. The precursive gas stream was intercepted after completion of this vacuum evaporationo time amount. Subsequently, the disk was moved to the location distant from the ion source. The same process as the above was continued on other substrates.

[0109]

In the second pulse-sized mode process (the enforcement 427, 429, and 432 of the following table 5, 434 reference), although DLC vacuum evaporationo was driven only by pulse-izing a precursive gas stream with the condition that the ion source is operating with argon plasma maintenance gas, in order to erase the ion source plasma, it was stopped by vacuum evaporationo by intercepting an anode plate power source of supply. In the adjustment position which does not have a substrate in the front face of the ion source, the ion source plasma and an ion beam were first stabilized by actuation only by argon gas plasma maintenance gas. Subsequently, the disk substrate rotated in the location of the front face of the ion source. Next, hydrocarbon precursive gas was pulse-sized and it changed only sufficient time amount to vapor-deposit DLC coating by the target thickness for 50A to 70A into the condition. After completion of this vacuum evaporationo time amount, the anode plate power source of supply was intercepted in order to erase the ion source plasma and an ion beam. Subsequently, the disk was moved to the location distant from the ion source. The ion source was re-driven on argon plasma maintenance gas as mentioned above, and the process was continued on other substrates.

[0110]

The DLC vacuum evaporationo enforcement summarized in following Table 5 used 1,3-butadiene as hydrocarbon precursive gas. The distance between the ion source and a disk substrate was 7 inches.

[0111]

The disk received the treatment step after standard vacuum evaporationo of \*\*\*\*\* and rubbing after application of DLC coating. The disk by which the coat was carried out by each of the enforcement summarized in Table 5 passed CSS 10,000 times under the severe conditions of high temperature and low humidity by 20,000 times CSS in ambient conditions, and the list, and showed the remarkable engine performance. In Example I, it was found out similarly that the engine performance of these disks in which the coat of the about 50 to 70A DLC was therefore carried out is very excellent to what is obtained by magnetron sputtering carbon finishing of the same thickness.

[ by the process of this invention ]

[0112]

[Table 5]

表5

<u>Run</u>	<u>Mode</u>	<u>A(I)</u>	<u>A(V)</u>	<u>M(I)</u>	<u>B fld.</u>	<u>Gas</u>	<u>HC</u>	<u>Cnfg.</u>	<u>Ar</u>	<u>Thk.</u>
426	PG	5	82	5	100	A	40	IN	15	58
427	Cur	5	81	5	100	A	40	IN	15	47
428	PG	8	87	6	120	A	40	IN	20	64
429	Cur	8	84	6	120	A	40	IN	20	54
431	PG	7	66	4	80	B	30	IN	25	65
432	Cur	7	67	4	80	B	30	IN	25	53
433	PG	8	83	6	120	B	30	IN	25	67
434	Cur	8	83	6	120	B	30	IN	25	59

[0113]

Notes of the addition to Table 5 The approach of the formation of anode current mode G= pulse-ized precursive gas mode as= hydrocarbon precursive gas = acetylene = 1,3-butadiene [0114]

Example K It was used in order that the ion source used for Example G and the same closing drift hole current ion source might vapor-deposit DLC coating as a protective layer on a magnetic disk using the full automatic manufacture process in an Intevac MDP-250B production magnetic-disk coating system. As shown in drawing 2, flange loading of the ion source was carried out. It sets in a standard configuration and is Intevac. The MDP-250B system used three separation chamber stations, in order to vapor-deposit magnetron sputtering carbon finishing as a protective layer on a magnetic disk, while a magnetic disk passes a machine. Each station contained two confrontation magnetron cathode constituted so that the coat of both sides of each magnetic disk might be carried out to coincidence. It was required in order that three spatter vacuum evaporationo stations might satisfy the high throughput demand of a machine with the amount of low vacuum evaporationo of magnetron sputtering carbon.

[0115]

The source of magnetron sputtering and the related exchange facility were removed from three stations on a machine. At one station, it was carried instead of the two flange loading hole current ion sources of this invention being sources of magnetron sputtering, and became a configuration like drawing 3, and, as a result, the coat of the both-sides side of a disk was carried out to coincidence by the ion beam DLC. This station was changed so that the additional port which carries out a pumping with a 2000l. [/second] turbine pump again might be added.

[0116]

All disk coating processes contained the following. Namely, the thing loaded with the cassette of the disk which goes into the first of 12 process station one by one through a load lock, b) Migration of a disk to the station where a disk is heated, migration of a disk to the station where c metal seed layer is vapor-deposited by magnetron sputtering, d) Migration of a disk to the station where a magnetic storage layer is vapor-deposited by magnetron sputtering, e) It lets another load lock to migration of a disk to the station where an ion beam DLC is vapor-deposited using the process of this invention, and f cassette loading pass, and is migration of a disk to an outlet station.

[0117]

Argon plasma maintenance gas was continuously passed through the ion source between all process cycles between ion beam DLC processes, and all these process cycles came out of the disk migration to a DLC coating station from the station of (1) point, (2) DLC vacuum evaporationo, and (3) DLC station, and included disk migration to the next station. When a disk is isolated from the station of the remainder [ station / disk vacuum evaporationo station \*\*\*\*\* and / DLC ], in order that DLC vacuum evaporationo may attain desirable DLC coating thickness, it lets the nozzle of the front face of the predetermined time ion source pass, and it is C<sub>2</sub>H<sub>2</sub>. It has carried out by passing gas. Except for few cases when argon plasma maintenance gas falling a little again, when C<sub>2</sub>H<sub>2</sub> were introduced, it did not succeed in the adjustment to others and an ion source parameter. This process is as essentially as the "first pulse-ized mode process" equivalent, as described by Example J.

[0118]

DLC coating was vapor-deposited on the disk for a CSS trial which uses the following conditions about each ion source. Namely, the from g10 to the a8 A anode current, a b2 to 6A electromagnet current, a c40 to 120 gauss field, the acetylene precursor flow rate of d30 to 40sccm(s), the argon plasma maintenance quantity of gas flow of e7 to 25sccm(s), the chamber pressure between vacuum evaporationo of f1.1 to 1.7mm Torr, and the amount of 21A [/second] DLC vacuum evaporationo.

[0119]

The magnetic disk by which the coat was carried out by the 50A ion beam DLC made under eight different conditions in the limitation of these range and within the limits passed CSS 10,000 times under the temperature, for example, 55 degrees C, which rose in 20,000 times CSS in ambient conditions, and a list, respectively, and low humidity, for example, 5% of severe condition, and showed the remarkable engine performance.

[0120]

In order to measure the degree of hardness of DLC coating made by this approach, except for the point that 4000A thickness DLC coating preceded with DLC coating, and heating and a metal layer process were not performed, it was vapor-deposited on the silicon substrate in the same process as what was used about the magnetic disk. DLC coating was vapor-deposited about each source using the following conditions. Namely, the a2 to 15A anode current, a b2 to 8.5A electromagnet current, a c45 to 250 gauss field, the acetylene precursive quantity of gas flow of d15 to 45sccm(s), the argon plasma maintenance quantity of gas flow of e12 to 63sccm(s), the chamber pressure between vacuum evaporationo of f1.6 to 4.1mm Torr The nano indentation degree of hardness of the obtained DLC film was the range of 11 to 17GPa(s).

[0121]

Example L It was used in order that the same hole current ion source as what was used for Example A might vapor-deposit DLC coating by operating the ion source with an argon and acetylene gas. However, in this example, the electric power supply of the anode plate and electromagnet of the ion source was carried out by separate DC power source of supply. A vacuum evaporationo condition and its result are submitted to Table 6. The DLC vacuum evaporationo enforcement summarized in Table 6 used the acetylene as hydrocarbon precursive gas, and the nozzle configuration in IN location, and was altogether performed on the silicon wafer substrate.

[0122]

The process of this invention that the result of following Table 6 uses separate DC power source of supply for the object for anode plates and the object for electromagnets of the ion source is the amount of vacuum evaporationo to 23A/s at least, and it is indicated that a degree of hardness can vapor-deposit to to 29.8GPa(s), and compressive stress at least can vapor-deposit DLC coating to 6.2GPa(s) at least. The amount of vacuum evaporationo will become still larger, if the distance between the ion source and a substrate decreases to less than 7 inches, or if the hydrocarbon precursive gas of more flow rates is used (refer to drawing 4 ).

[0123]

[Table 6]

表 6

Run	A(Ω)	A(Y)	Pres.	MA	Bld.	HC	Δr	Dst.	Tk.	Stress	Hard.	Rate
497-2	12	85	0.84	6	300	20	150	14	4190	5.1	—	2.3
497-10	12	90	1.05	9	400	20	200	14	4185	4.9	—	2.3
501-6	10	80	0.74	4.5	240	20	120	7	3000	6.2	28.6	10
502-2	10	85	0.76	6	300	20	130	7	3800	2.6	7.7	12.7
502-6	10	86	0.93	7.5	360	20	170	7	3000	1.9	8.0	10
502-10	10	86	1.07	9	400	20	200	7	3750	2.0	9.8	12.5
503-2	10	85	0.38	1.5	85	20	50	7	1875	5.5	—	6.3
503-6	10	84	0.52	3	170	20	80	7	2400	6.1	—	8
503-10	10	83	0.71	4.5	240	20	116	7	3100	4.5	17.2	10.3
504-2	10	87	0.73	6	300	30	120	7	5150	2.5	—	17.2

[0124]  
 [Table 7]

表6(続き)

504-6	10	86	0.96	7.5	360	30	170	7	5300	2.7	--	17.7
504-10	10	85	1.14	9	400	30	210	7	5600	2.3	--	18.7
505-2	10	87	0.44	3	170	10	60	7	900	5.7	--	3
505-6	10	86	0.80	6	300	10	130	7	2600	1	--	8.7
505-10	10	85	1.15	9	400	10	200	7	3300	0.86	--	11
506-2	10	87	0.49	3	170	40	65	7	4500	4.8	29.8	18.8
506-6	10	87	0.79	6	300	40	130	7	5300	5.3	28.3	22.1
506-10	10	87	1.10	9	400	40	200	7	5550	4.8	25.5	23.1

## [0125]

Example M It was used in order that the non-closed down drift hole current ion source with the same straight-line anode plate configuration as drawing 4 A of United States patent application No.08/901,036 under examination of Mahoney others might vapor-deposit DLC coating. The anode plate channel of the anode plate was 0.5 inches in a depth of about 0.5 inches, and width of face by die length of about 30 inches. It was used in order to carry out induction of the field which crosses an anode plate between two magnetic poles which 28 electromagnet coils operated with AC current of 60 cycles elongate along with the both sides of an anode plate. The edge of an anode plate channel was stopped by the insulating material. Argon plasma maintenance gas is supplied from the back of the ion source, and it comes out through the anode plate gap of shade along with the center line of an anode plate. It was used in order to supply an electron so that two hollow cathode electron sources carried near the edge of an anode plate may maintain the plasma. Acetylene precursive gas was introduced into DLC vacuum evaporationo into the ion beam through four nozzles carried along with the die length of an anode plate channel. each nozzle -- the flow of precursive gas -- the long dimension of an anode plate -- abbreviation -- the perpendicular ion beam was crossed and drawn. The nozzle was detached 7 inches of abbreviation, and was carried, and was put on the place of 0.25 inches of the down-stream abbreviation for the field of the ion source.

## [0126]

The long dimension of the ion source was carried in the perpendicular sense, and the ion beam was

horizontally drawn with the silicon wafer substrate of four 4 inches diameters. The substrate was put on the place of about 7 inches of lower streams of rivers in parallel with an ion source side from the front face of the ion source. Each substrate wafer aligned ahead [ one ] in a direct and four hydrocarbons nozzle directly ahead of the core of an anode plate channel.

[0127]

The chamber was exhausted by the pressure of less than  $1 \times 10$  to 5 Torrs after carrying a substrate in a vacuum chamber. Stability of the ion source plasma was put into operation and carried out with the argon. Subsequently, when DLC vacuum evaporationo passed the acetylene precursive gas of 10sccm(s) through each nozzle, it started.

[0128]

DLC coating was vapor-deposited on the substrate in enforcement #1014L using the following conditions. That is, they are all the acetylene precursive quantities of gas flow of 40sccm(s), a chamber pressure under vacuum evaporationo of abbreviation 1.6mTorr, and the vacuum evaporationo time amount for 4 minutes at the field of 150 gauss of abbreviation, and the argon plasma precursive quantity of gas flow of 140sccm in the plate voltage for 100 and 111 volts, the 40A anode current, and the 4A electromagnet current that passes along each of 28 electromagnets. At the time of completion of vacuum evaporationo, the vacuum chamber could open the outlet and the substrate by which the DLC coat was carried out was obtained.

[0129]

The maximum thickness of DLC coating was 1645A corresponding to the amount of vacuum evaporationo of 7A/s of abbreviation. Coating compressive stress was between about 3 and 3.8GPa (s). Although the film was too thin for obtaining the exact nano indentation determination of hardness, based on the compressive stress about other DLC film vapor-deposited from the acetylene precursive gas by the hole current ion source of this invention, and the known interrelation between degrees of hardness, the coating degree of hardness was expected to be the range of 23GPa(s) from about 19.

[0130]

It was proved that this example could vapor-deposit DLC coating in which the non-closed down drift hole current ion source of this invention with a straight-line anode plate configuration has a high degree of hardness in the amount of high vacuum evaporationo.

[0131]

It was found out that soft DLC coating which has the compressive stress like 0.12GPa(s) by the expected degree of hardness of less than 5 GPas is vapor-deposited by the same ion source which uses other approach conditions, for example, a higher precursive quantity of gas flow, different nozzle geometry, and lower plate voltage, however is operated by acetylene precursive gas.

[0132]

Example N [0133]

Except for the point that both argon plasma maintenance gas and acetylene precursive gas were introduced during direct plasma discharge through the anode plate gap of shade, the ion beam vacuum evaporationo of both the DLC coatings was carried out using the straight-line anode plate of Example M, and the non-closed down drift hole current ion source. The silicon wafer substrate with a diameter of 4 inches was put on the place of about 7 inches of lower streams of rivers in parallel with the field of the ion source from the front face of the ion source.

[0134]

In enforcement #1097L and #1102-1107L, DLC coating was vapor-deposited using the following conditions. Namely, the plate voltage for 93 and 103 volts, the anode current of the range of 36 to 40A, a 4 to 8 which passes along each of 28 electromagnetsA electromagnet current, an abbreviation 150 to 300 gauss field, the argon plasma precursive quantity of gas flow of 180 to 200sccm(s), the acetylene precursive quantity of gas flow of 50 to 60sccm(s), the chamber pressure during vacuum evaporationo of abbreviation 1.8 to 1.9mTorr(s).

[0135]

Obtained DLC coating had the thickness of the range of 1980 to 5200A from abbreviation 3 [ per second ] corresponding to the amount of vacuum evaporationo of the range of 9A. The compressive stress of coating was the range of about 1 to 3.8GPa(s), and the nano indentation degree of hardness

of coating was the range of 22GPa(s) from about 13.

[0136]

In enforcement #1120L, although vacuum evaporationo conditions were the same, the distance between the ion source and a substrate was reduced by 6 inches from 7 inches. The expectation degrees of hardness of the compressive stress of vapor-deposited DLC coating were about 25 GPa(s) in 4.5GPa(s).

[0137]

The non-closed down drift hole current ion source of this invention in which this example has a straight-line anode plate configuration has vapor-deposited DLC coating with a high degree of hardness and the amount of high vacuum evaporationo by introducing direct precursive gas into plasma discharge through the anode plate gap of shade.

[0138]

Above-mentioned example A-N proves the amount of high vacuum evaporationo (more [ generally /A //s / 10 ]) which very hard (harder than 10GPa) DLC and Si-DLC coating do not expect using the hole current ion source of this invention. The advanced technology has suggested that the ion beam vacuum evaporationo system which emits 100eV per C electron vapor-deposited is required for such a high degree-of-hardness ingredient. As an example, when [ else / Weiler / M.], people expected that it was probably needed in order to vapor-deposit very hard DLC coating from the acetylene in which an ion beam with 150 to 250eV average ion beam energy mainly forms C<sub>2</sub>H<sub>X</sub><sup>+</sup> ion in the low voltage force plasma state. However, it is shown that the above-mentioned example can be formed by the high density ion beam in which the high degree of hardness DLC and Si-DLC coating are low average time average energy more substantially than the criteria which are 100eV per C electron, and were formed of the process of this invention.

[0139]

From the grid loess hole current ion source of the advanced technology, and related instruction, the above-mentioned example is the method which cannot be reasoned and shows the capacity of the characteristic hole current ion source equipment which vapor-deposits very hard DLC coating in the amount of high vacuum evaporationo again. The property of the amount of high vacuum evaporationo and a high coating degree of hardness makes the process of this invention ideal for thin DLC about main industrial Field of application and the object for Si-DLC coating production containing the following. Namely, production of the magnetic transducer used for the data storage or the record medium like a magnetic hard disk, a floppy (trademark) disk and a magnetic tape, a magnetic-reluctance sliding child, and magnetic recording like a magnetic tape, the optical data storage disk using a phase change medium, and protection coating for a package, the abrasion resistance for [ drug regulatory affairs ] various substrates which change from a metal, a ceramic, glass, plastics, and those combination to chemical application, acid resisting, a filter and optical coating for band passes, and a list, corrosion resistance, and abrasion-proof nature protective coating

[0140]

People who became skilled in the technique concerned, without deviating from the range of this invention can make various modification and corrections to this invention in order to fit this invention to a various application and various conditions. All the equal thing range of the following claim has such modification and correction with justice appropriately, and they are interpreted such.

[Brief Description of the Drawings]

[Drawing 1] The outline sectional view showing the example of the hole-current ion source including the self-self-sustaining cathode devised for vacuum flange installation.

[Drawing 2] Drawing showing roughly application of this invention used for the hole current ion source vapor-depositing DLC and Si-DLC coating on the front face of a substrate.

[Drawing 3] Drawing showing roughly application of this invention used for the two hole current ion sources vapor-depositing DLC and Si-DLC coating on the anterior part of a substrate, and regions of back.

[Drawing 4] Drawing which plotted the vacuum evaporationo \*\*\*\* acetylene precursive quantity of gas flow in the two anode currents for DLC coating vapor-deposited by the process of this invention.

[Drawing 5] Drawing which plotted the nano pushing hardness pair acetylene precursive quantity of

gas flow in the two anode currents for DLC coating vapor-deposited by the process of this invention.

---

[Translation done.]

**\* NOTICES \***

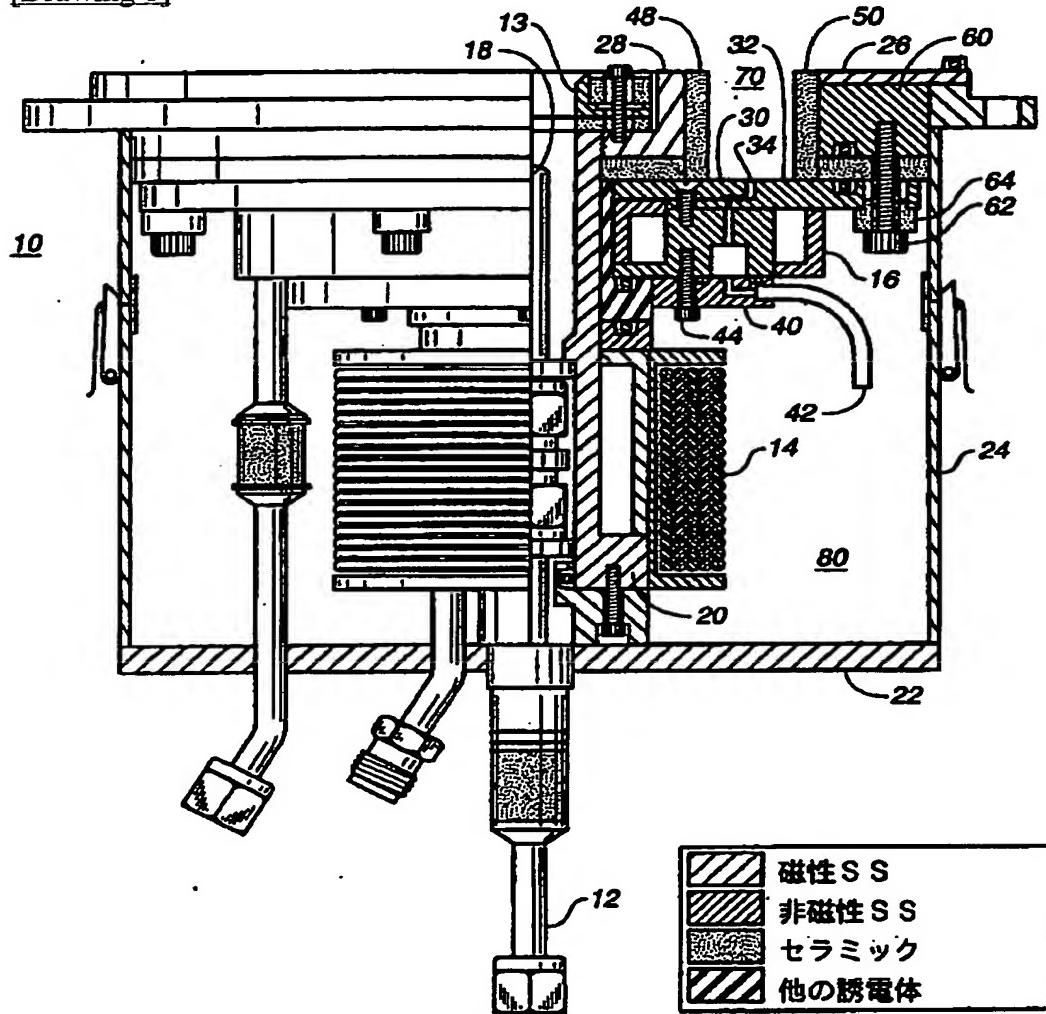
JPO and NCIP are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

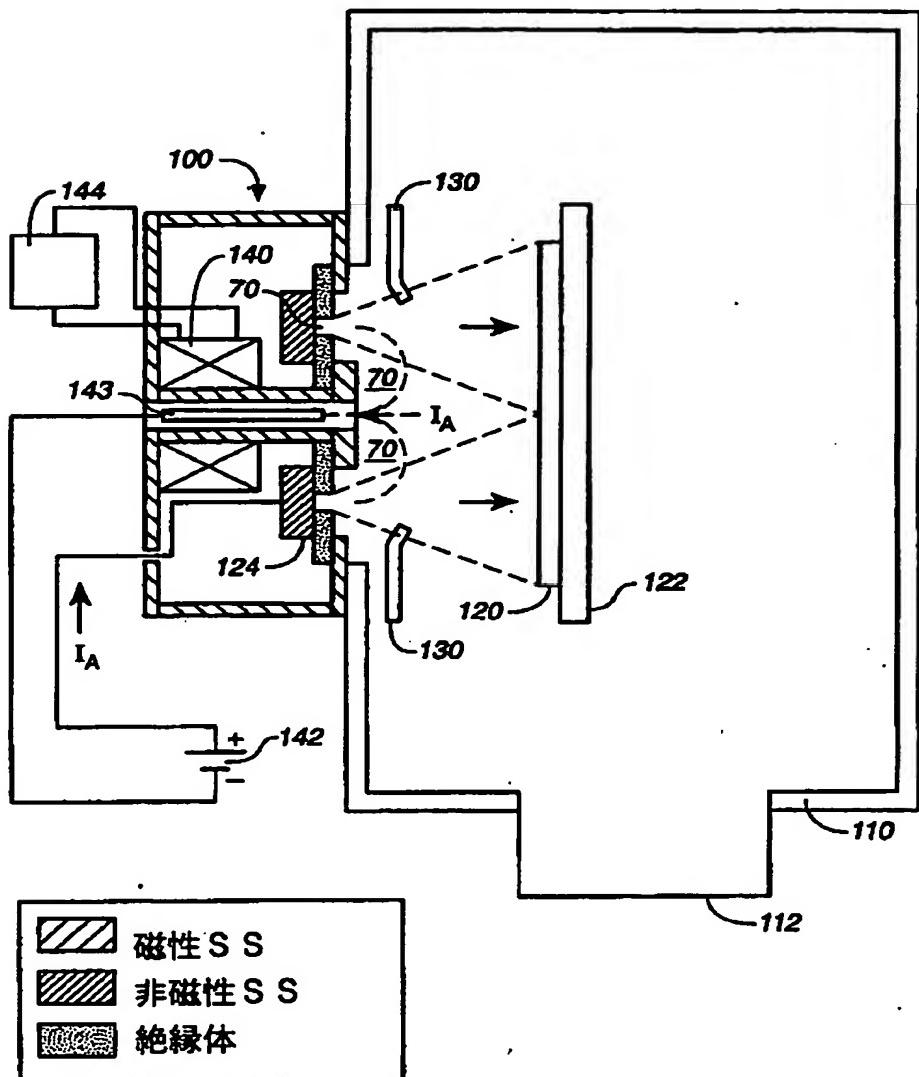
1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

---

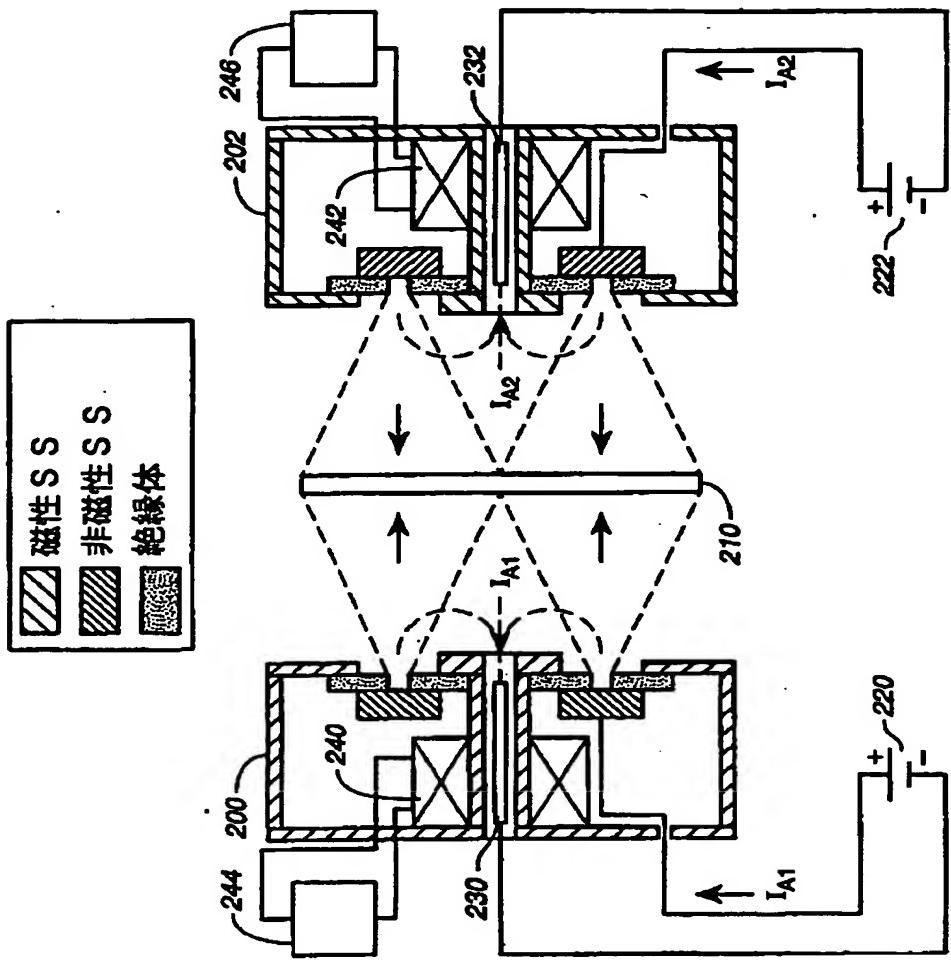
**DRAWINGS**

---

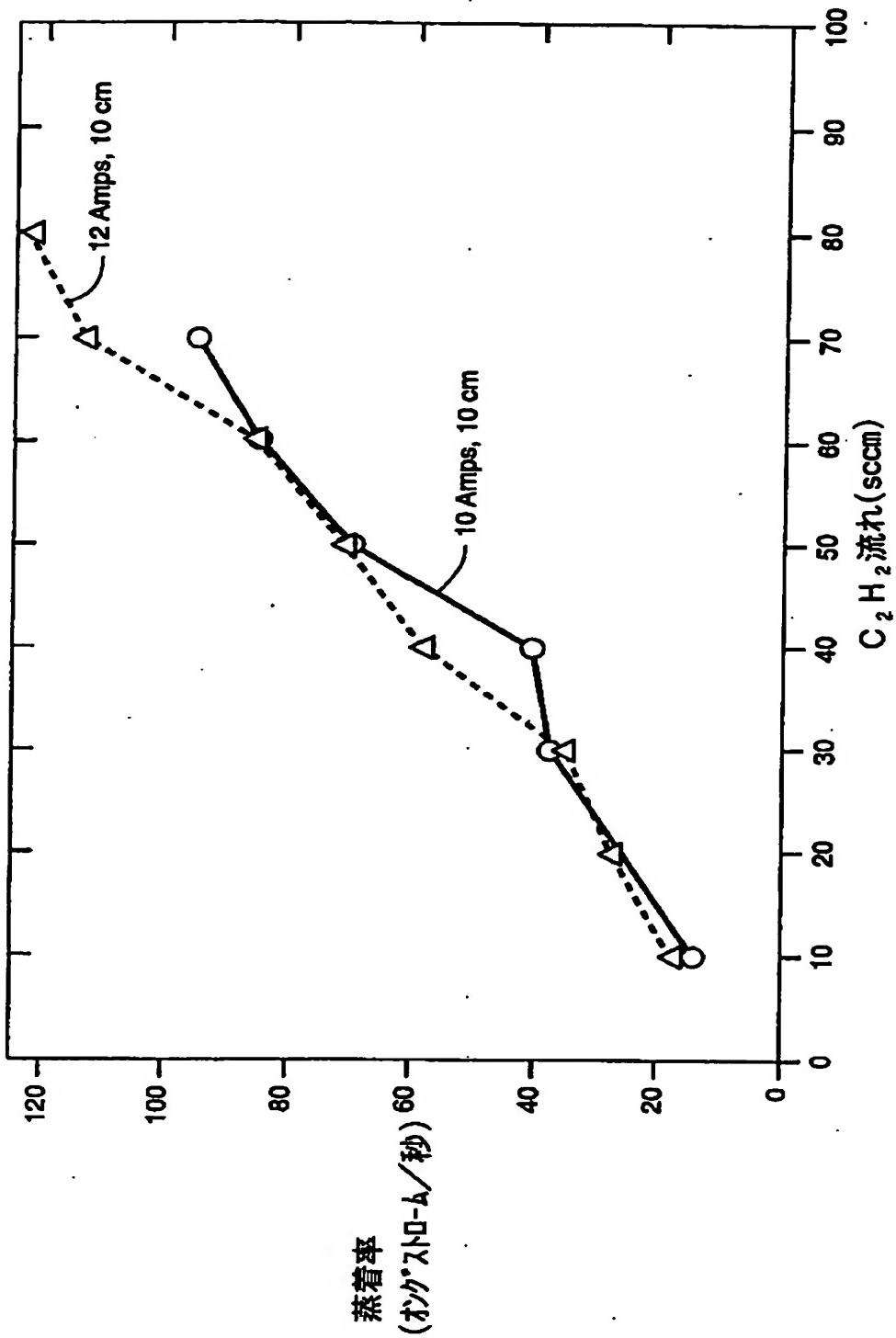
**[Drawing 1]****[Drawing 2]**



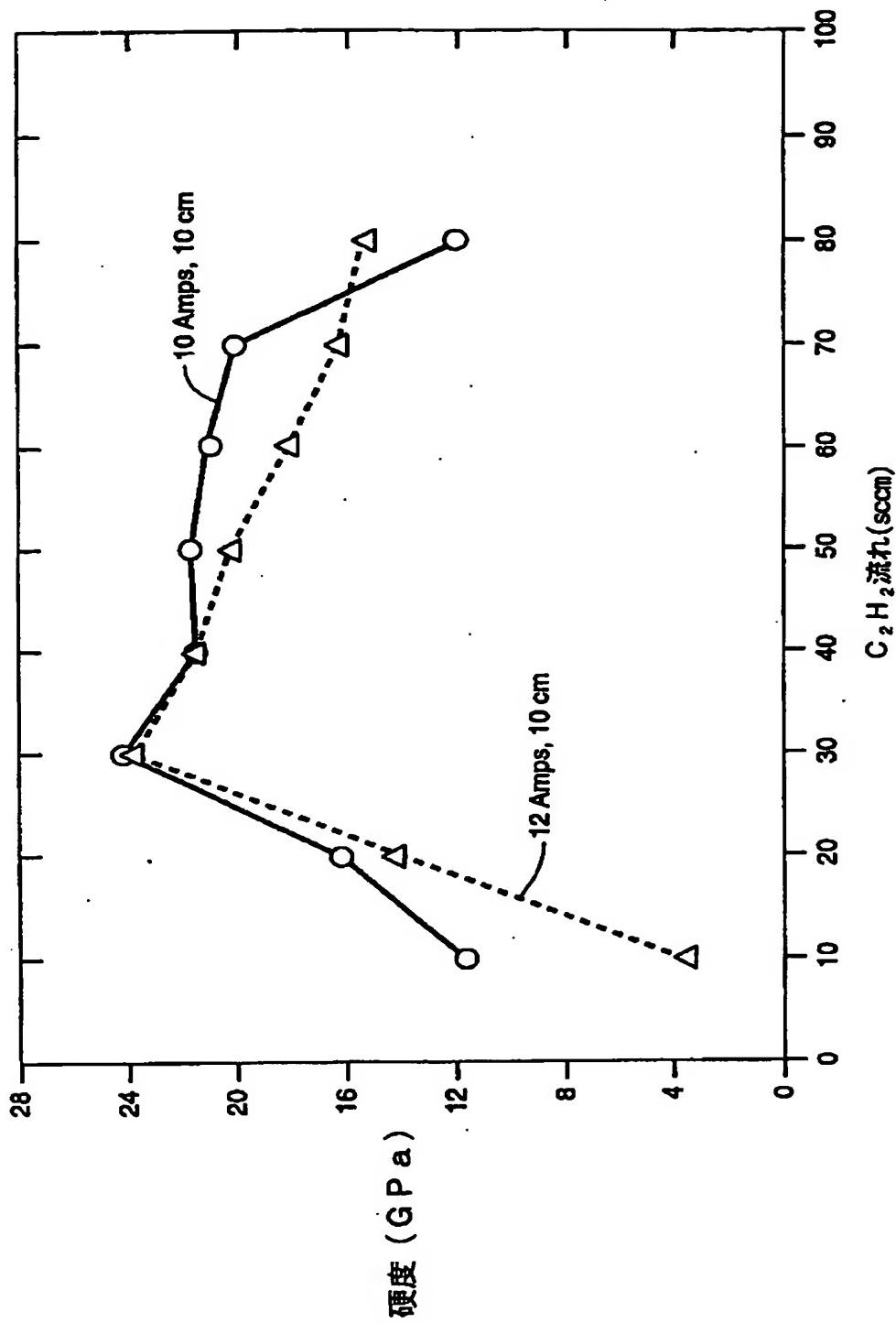
[Drawing 3]



[Drawing 4]



[Drawing 5]



[Translation done.]